



Mise au point d'une méthodologie analytique d'identification des pierres naturelles de construction

Claudine Malfilatre

► To cite this version:

Claudine Malfilatre. Mise au point d'une méthodologie analytique d'identification des pierres naturelles de construction. Pétrographie. Université Rennes 1, 2012. Français. NNT : . tel-00683307

HAL Id: tel-00683307

<https://theses.hal.science/tel-00683307>

Submitted on 28 Nov 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.

Mise au point d'une méthodologie analytique d'identification des pierres naturelles de construction

Claudine Malfilatre

► To cite this version:

Claudine Malfilatre. Mise au point d'une méthodologie analytique d'identification des pierres naturelles de construction. Pétrographie. Université Rennes 1, 2012. Français. tel-00683307

HAL Id: tel-00683307

<https://tel.archives-ouvertes.fr/tel-00683307>

Submitted on 28 Nov 2012

HAL is a multi-disciplinary open access archive for the deposit and dissemination of scientific research documents, whether they are published or not. The documents may come from teaching and research institutions in France or abroad, or from public or private research centers.

L'archive ouverte pluridisciplinaire **HAL**, est destinée au dépôt et à la diffusion de documents scientifiques de niveau recherche, publiés ou non, émanant des établissements d'enseignement et de recherche français ou étrangers, des laboratoires publics ou privés.



THÈSE / UNIVERSITÉ DE RENNES 1
sous le sceau de l'Université Européenne de Bretagne

pour le grade de
DOCTEUR DE L'UNIVERSITÉ DE RENNES 1

Mention : Sciences de la Terre

Ecole doctorale Sciences de la Matière

présentée par

Claudine MALFILATRE

préparée à l'unité de recherche UMR 6118 CNRS
Géosciences Rennes
UFR Structure et Propriétés de la Matière

**Mise au point d'une
méthodologie
analytique
d'identification des
pierres naturelles de
construction**

**Thèse soutenue à Rennes
le 27 janvier 2012**

devant le jury composé de :

Pierre BARBEY

Professeur CRPG, Université de Nancy /
rapporteur

Olivier DUGUE

Maître de conférences-HDR Université de Caen /
rapporteur

Dominique NICAISE

Docteur CSTC / *examineur*

Michel BALLEVRE

Professeur Géosciences Rennes / *examineur*

Denis GAPAIS

DR CNRS Géosciences Rennes / *directeur de
thèse*

Didier PALLIX

Directeur adjoint CTMNC / invité

François MICHEL

Géologue consultant CTMNC / invité

« O ! dur granit breton, il fallait un cantique

Pour dire ta vertu, clore toute critique

Granit de LOUVIGNE, COGLES ou LANHELIN

Rose de la Clarté ou blanc du Cotentin

Et celui de Chaussey qui fit le bel Archange

Je vous réunis tous dans la même louange.

[...]

Monuments funéraires ou rustiques maisons

On vous fit en granit, et l'on avait raison.

Même pour un travail un peu plus prosaïque

Bordures et pavés, petites mosaïques,

Vous attendez l'usure avec sérénité

Ce qui est en granit dure une éternité.

[...]

Au doux Pays de France, tout serait neuf et stable

Si souvent, au lieu de bâtir sur le sable

On eut, avec amour, tel l'oiseau fait son nid

Construit sur le Granit. »

Roger Lévêque (19 mai 1952)

Avant-propos

Cette thèse se propose d'être une première réponse aux préoccupations des carriers exploitant les pierres de construction françaises. La concurrence de plus en plus forte des pierres naturelles de construction étrangères et les problèmes d'usurpation de pierres aux faciès similaires ont amené les exploitants à se tourner vers le Centre Technique de Matériaux Naturels de Construction (CTMNC) afin de réagir à ces problèmes et de trouver une ou plusieurs solutions. Le CTMNC a ainsi lancé un appel d'offre national pour ce projet de thèse. Le laboratoire Géosciences Rennes a été le premier à répondre présent. Cette thèse fonctionne donc grâce à un contrat de collaboration entre le CTMNC-Géosciences Rennes-CNRS (ce n'est pas un financement CIFRE). C'est ainsi que le projet a débuté.

Quelques informations...

Le CTMNC¹ est un Centre Technique industriel (CTI) pour les Matériaux Naturels de Construction, les Matériaux en Terre Cuite et en Pierre. Il a été créé en 1957 à la demande des industriels des Tuiles et Briques et élargi en 2007 à la demande des professionnels de la Roche Ornementale et de Construction. Il est constitué de 70 personnes (ingénieurs, docteurs, techniciens). Il couvre toutes les activités de la Recherche et Développement appliquées (recherche fondamentale, recherche appliquée, études essais sur produits, formation technique) et tous les thèmes liés à la fabrication et aux performances des produits et à leur mise en œuvre. Trois sujets sont principalement développés : (1) la normalisation (produits, ouvrages, mise en œuvre), (2) le développement durable (environnement des sites de production) et (3) la qualité (certification). Il comporte trois établissements, le siège à Paris, les Services Techniques à Clamart et la Recherche et Développement Céramique à Limoges. Le CTMNC est dirigé par un Conseil d'administration composé de professionnels, de personnalités qualifiées, de syndicats du personnel et de représentants de l'Etat. Ce conseil est assisté de deux Comités Techniques et Scientifiques (CTS) qui orientent les travaux du CTMNC et en vérifient la qualité. Un Directeur Général (Bruno Martinet) coordonne l'activité du centre qui est réalisée dans deux départements : Tuiles et Briques et Roches Ornementales et de Construction (ROC ; Directeur Général Adjoint (DGA) : Didier Pallix). En 2007, le budget du CTMNC s'élève à 8 M€ dont 6 M€ proviennent des contributions des fabricants par une taxe affectée et de 2 M€ des prestations commerciales. La loi de finances 2007 a établi le principe d'une taxe égale à 0,2% du chiffre d'affaires des activités

¹ www.ctmnc.fr (source des paragraphes de présentation du CTMNC et du département CTMNC ROC et pour plus d'informations)

d'extraction et de fabrication de produits en pierre naturelle et 0,4% du chiffre d'affaires pour le secteur de la terre cuite.

Le département CTMNC ROC est l'outil de référence de l'ensemble de la filière Pierre Naturelle. Son objectif est de susciter le progrès technique et de favoriser la diffusion de l'information auprès des professionnels, des prescripteurs et des utilisateurs. Il fonctionne avec une Equipe ROC permanente, composée de sept salariés (DGA, chefs de projets pierre, documentaliste, assistante et contrôleur de taxe), un CTS, composé de huit membres issus des organisations professionnelles de l'industrie de la pierre relevant de la taxe affectée et définissant le programme scientifique et d'investissement de chaque année, et de Groupes de Travail Technique (GTT) issus de la filière pierre naturelle, composés de spécialistes de la pierre et pilotés par les chefs de projet du CTMNC ROC, développant les projets institutionnels et confrontant les travaux du Centre avec les réalités du terrain. Il existe plusieurs exemples de GTT : « Marquage CE », « Lithothèque », « Maçonnerie », « Environnement », « Funéraire » et « Voirie ». Le CTMNC ROC propose une expertise technique (identification des besoins de la filière, normalisation française et européenne, marquage CE, environnement, sismique et calculs de structure, thermique, acoustique) et d'autres services (essais, chimie, formation).

Quelques remerciements...

Je tenais à remercier Didier Pallix de m'avoir permis de participer à ce projet et de connaître le monde de la pierre naturelle en m'acceptant comme doctorante. Merci à toute l'équipe du département CTMNC-ROC pour leurs discussions enrichissantes me permettant d'approfondir le domaine de la pierre naturelle, pour leurs soutiens, leurs réponses et leurs intérêts portés à l'avancement des travaux de thèse à chacune de mes visites au CTMNC. Merci à François Michel pour vos discussions enrichissantes, vos conseils et votre aide précieuse. Merci aussi à toutes les personnes intéressantes que j'ai pu rencontrer lors de réunions telles que les Journées Techniques du CTMNC, les CTS et les Commission « Pierre-Durabilité » du CEFACOR. Merci aussi à Dominique Nicaise pour ses explications et son aide lors d'une visite au CSTB à Limelette. Je tenais également à remercier tous les dirigeants, les exploitants, les chefs de carrières, les carriers pour leurs facilités d'accès à leurs carrières, pour leurs aides et conseils durant l'échantillonnage de leurs carrières et pour leurs discussions intéressantes concernant leurs préoccupations. Cela m'a permis de mieux comprendre le contexte dans lequel je travaillais et surtout de mieux comprendre vos attentes

et vos besoins. Je tenais aussi à remercier la grande équipe d'encadrement de ma thèse : Denis Gapais pour sa disponibilité malgré la direction du laboratoire, nos discussions, nos réunions, son soutien, Philippe Boulvais d'avoir toujours été là, pour ses précieux conseils, sa patience, son écoute, nos discussions, d'avoir toujours été intéressé par ce projet, Erwan Hallot pour sa grande capacité d'écoute, de toujours savoir quand quelque chose ne tournait pas rond dans ma petite tête, pour sa rigueur, pour ses interrogations, pour sa grande disponibilité, Sylvie Bourquin pour son rire communicatif qui redonne le sourire à tous les coups, pour son aide (notamment pour lever un log...), nos discussions, pour ses suggestions et son soutien, Marie-Pierre Dabard pour ses explications du domaine sédimentaire, son aide pour la description des lames minces, pour toutes les corrections, Annick Chauvin pour ses explications claires des propriétés magnétiques, pour son aide pour les manip', et Marc Poujol pour son aide en isotopes et ses corrections. Merci à vous tous pour votre présence continue durant ces 3 ans de thèse, merci aussi pour nos superbes missions d'échantillonnage, merci à tous d'avoir été là à chaque fois que j'avais besoin de vous ! Je tenais à remercier toute l'équipe du laboratoire de Géosciences et tout particulièrement François G., Delphine R., Cécile R., Olivier D., Jacques B., Pierre G., Christian L.C., Kerry G., Pavel P., Pipo Y., Gilles R., et Pierrick R., pour nos discussions scientifiques ou non, pour votre soutien, pour votre aide et pour votre présence. Merci aussi à Annick V., Marie-Paule B., Cécile D., et Chantal P.B., sans qui les missions de terrains, les congrès n'auraient pu se faire. Un grand merci à Xavier L.C., Yann L., Philippe C., D. et L., David V. pour votre efficacité et rapidité lors du traitement de mes échantillons, pour votre aide lors des acquisitions de données magnétiques, et pour votre aide dans les analyses isotopiques radiogéniques, respectivement. Merci aussi à Catherine B., Isabelle D., Annick B. et Jean B. pour votre aide et pour nos discussions. Je tenais aussi à remercier les personnes rencontrées au cours de ma formation en Géologie et qui m'ont permis d'arriver là où je voulais arriver : Jean-Gabriel Bréherét, Patrick De Luca, Yann Morizet, Patrick Launeau, Antoine Mocquet, Olivier Bourgeois et Jérôme Gattacceca. Je tenais ensuite à remercier tous mes copains de thèse ou de M₂ pour leurs soutiens, leurs discussions géologiques ou non, nos soirées au O'Connells, nos Apéros du Labo, pour leurs aides, pour nos délires : Emilie O., Nathan C., Mélanie G., Mélanie N., Mélody P., Céline D., Gloria H., Yannick D., Justine J., Romain T., Romain L., Stephen C., Aurore H., Laetitia A., Anne-Claire C., Fabien L., Samuel J., Eline L.B., Alain Z., Gwenaël H., Morgane D., Rémi M. Un grand merci à mes coupines non géologues Claire D., Elodie D. et Elise H. qui m'ont permis de revenir sur Terre assez souvent, de penser à autre chose qu'à la géologie, merci

pour votre éternel soutien ! Et enfin je tenais à remercier ma petite famille, ma maman (ça y est la boucle est bouclée, tu m'as amenée là je voulais aller, merci maman), ma tante Carole (parce que les liens du cœur peuvent être plus forts que les liens du sang), mon père (merci pour ton soutien et de croire en moi malgré la distance), mon frère (merci d'être venu jusqu'à Rennes pour assister à cette étape de ma vie), mes grands-parents, mes grandes tantes (merci pour votre soutien et votre présence lors de ma soutenance) et bien sûr Gilles qui m'a supporté au quotidien, qui a (sur)vécu (à) ma thèse, sans toi je n'aurai pas pu tenir, merci !

Table des Matières

<i>Introduction – Problématique</i>	13
<i>Caractérisation d'une pierre naturelle de construction</i>	23
<i>Contextes géologiques et d'exploitation</i>	51
<i>Partie I : Caractérisation de pierres de construction de type granitique</i>	77
<i>Chapitre 1 : Le granit gris Silverstar du Tarn</i>	81
<i>Chapitre 2 : Le granit rose de La Clarté</i>	105
<i>Chapitre 3 : Les granits gris-bleu de Louvigné et bleu de Lanhélin</i>	137
<i>Chapitre 4 : Analyse statistique</i>	213
<i>Partie II : Caractérisation de pierres de construction de type sédimentaire carbonaté</i>	257
<i>Chapitre 5 : Le calcaire de Comblanchien</i>	261
<i>Chapitre 6 : Analyse statistique</i>	287
<i>Partie III : Synthèse et discussion générale</i>	297
<i>Chapitre 7 : Fiches d'identité des pierres de construction françaises étudiées</i>	301
<i>Chapitre 8 : Etablissement d'un protocole analytique</i>	319
<i>Chapitre 9 : Discussion</i>	331
<i>Conclusions</i>	341
<i>Références bibliographiques</i>	345
<i>Annexes</i>	
<i>Annexe AI : Densité d'enclaves et Analyse modale</i>	
<i>Annexe AII : Analyse géochimique</i>	
<i>Annexe AIII : Analyse magnétique</i>	
<i>Annexe AIV: Analyse statistique</i>	
<i>Annexe AV : Planches photographiques Comblanchien</i>	

Introduction

Problématique

Introduction – Problématique

SOMMAIRE

- 1. Introduction générale.....17*
- 2. Etude des pierres de construction de type granitique.....20*
- 3. Etude des pierres de construction de type sédimentaire (carbonaté).....22*

1. Introduction générale

Le marché de la pierre de construction représente une activité mondiale économique importante (par exemple, le chiffre d'affaire est égal à environ 629 M€ pour la France en 2010). Les monuments historiques, la construction et la rénovation de bâtiments et des édifices d'art concernent environ 42% de ce chiffre d'affaire. Les pierres tombales et les travaux de voiries représentent respectivement 39% et 9% de ce même chiffre d'affaire. Les 10% restants correspondent à des structures particulières, comme par exemple les Alignements du XX^e siècle à Rennes (données de rapport non publié du Syndicat National des Industries des Roches Ornementales et de Construction-UNICEM, 2010).

De grands échanges internationaux favorisent de potentielles substitutions, parfois frauduleuses, entre des pierres aux faciès comparables mais de provenances diverses. La concurrence internationale augmente non seulement parce que les coûts de main d'œuvre et de transport peuvent être faibles dans certains pays, mais aussi par l'absence de réponse à une demande croissante. Par exemple, en 2010, la France a importé 356 900 tonnes de pierres de construction principalement utilisées pour la voirie (une augmentation de 37% par rapport à 2009 ; communication personnelle de C. Corlay, UNICEM ; Service Régional des Douanes de la Bretagne). Ces importations, qui concernent tous les types de roches (sédimentaires, magmatiques et/ou métamorphiques) provenaient essentiellement (ou transitaient à partir de) de la Chine, Allemagne, Portugal, Inde, Belgique et Espagne. En 2010, le leader, la Chine, représentait un tiers des importations françaises (35% de plus qu'en 2009 ; communication personnelle de C. Corlay, UNICEM ; Service Régional des Douanes de la Bretagne). Par comparaison, la France n'a exporté que 33 733 tonnes en 2010 principalement vers l'Allemagne, la Belgique et la Suisse (communication personnelle de C. Corlay, UNICEM ; Service Régional des Douanes de la Bretagne).

Les gestionnaires d'entreprises industrielles françaises (carrières) ont identifié des pierres de construction étrangères particulières dont les faciès peuvent ressembler à ceux de leurs pierres de construction extraites localement, de sorte qu'il peut être difficile de certifier la provenance de certaines des roches utilisées dans l'industrie (Fig. 1A et 1B). Par ailleurs, les pierres de construction font également l'objet de tromperies pour assurer des marges de profit plus grandes et/ou pour répondre facilement à une demande. Par exemple, le collage de pierres différentes possédant un aspect visuel proche (Fig. 1C), les colorants artificiels, ou des

traitements chimiques pour masquer les taches ou les décolorations (Fig.1D ; Nicaise et Steenhoudt, 2009 ; De Backer et Gerard, 2010) sont parmi les tromperies les plus courantes.

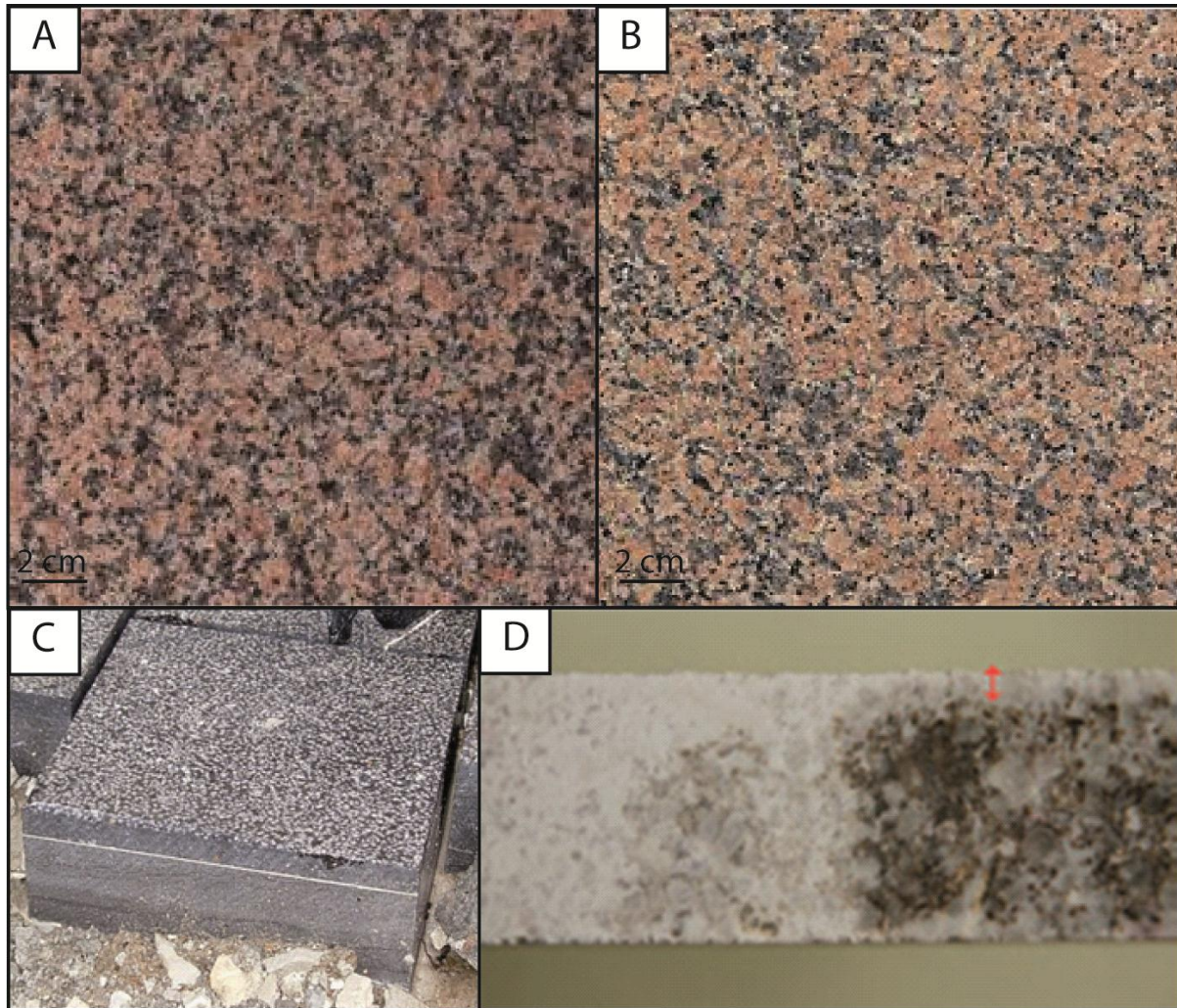


Fig. 1: (A) Granit rose de La Clarté (22, France), (B) Granit rose Porriño (Espagne). Deux granits aux faciès ressemblants de provenances différentes. Des exemples de contrefaçons : (C) collage de deux pierres de différentes origines (Pierre Bleue de Belgique collée sur Pierre Chinoise) et (D) tachage de pierre chinoise de couleur claire de type granitique. Le tachage résulte de l'oxydation des minéraux ferreux présents dans la pierre, principalement des sulfures de fer (pyrite,...) et des carbonates de fer (Nicaise et Steenhoudt, 2009).

Des pierres de faciès a priori comparables mais de différentes provenances sont susceptibles de présenter des propriétés physiques et chimiques différentes (résistance mécanique, durabilité des traitements chimiques appliquées, couleurs artificielles, taches,...) qui feront que leurs qualités, par exemple esthétiques ou de durabilité pourront varier. D'autre part, des pierres de nature géologique comparable, peuvent être pétrographiquement ou texturalement (minéralogie, taille de grain...) distinguables, mais peuvent « rentrer » dans la même catégorie commerciale de pierres de constructions, comme « granit » ou calcaire, telles qu'elles sont répertoriées dans le monde industriel. Ce point est d'importance pour, par

exemple, pouvoir mieux prescrire « des matériaux en granit de la carrière X, ou équivalent », comme souvent libellé dans les appels d'offres (D.Roncière, communication personnelle).

Dans un tel contexte de concurrence internationale et d'échanges économiques, il devient nécessaire pour les professionnels français de développer un outil de certification des pierres de construction en possédant une carte d'identité de leurs pierres, qui soit, dans les limites du possible, unique, et qui dépasse la simple caractérisation visuelle, pétrographique ou texturale. Il est par ailleurs nécessaire que les essais comparatifs de cette carte d'identité vis-à-vis de potentiels concurrents soient d'un coût raisonnable.

Nous proposons dans ce travail de développer des méthodes quantitatives de caractérisation (et de discrimination) des pierres de construction afin de pouvoir vérifier et de certifier leur origine géographique et donc la garantie de leurs qualités et de leurs propriétés. Nous avons ciblé l'étude sur deux types de pierres de construction : roches granitiques (granites et granodiorites), et roches sédimentaires (calcaires). Les principaux objectifs de ce travail sont de tester comment les outils pétrologiques, géochimiques et géophysiques (selon le type de pierre étudiée) peuvent potentiellement être utilisés seuls ou doivent être combinés, afin de caractériser les pierres de construction ciblées et ainsi pouvoir les différencier de manière univoque de pierres de constructions potentiellement concurrentes. Notre analyse utilise en outre des outils statistiques pour rendre compte de la variance (variabilité intrinsèque) des roches étudiées et pour quantifier le degré de similarité ou de dissimilarité entre deux roches de provenance différente. Concernant les roches granitiques, l'outil datation des roches a été a priori éliminé pour des raisons de coût, et aussi de non univocité systématique, deux granites de provenance différente pouvant être de même âge.

Une question préalable est de définir l'échelle spatiale à laquelle une pierre de construction peut être considérée comme homogène. Pour se faire, des échantillons de carrières différentes situées dans un même ensemble (intrusion granitique ou formation sédimentaire) sont comparés. Une des hypothèses de ce travail est que la pierre de construction donnée qui correspond à un type de roche spécifique (ou faciès) est relativement homogène au moins à l'échelle d'une carrière. Par conséquent, tous les échantillons provenant de cette carrière sont censés posséder les mêmes propriétés (avec des gammes de valeurs à définir). Nous allons montrer et discuter comment cette hypothèse se vérifie statistiquement pour plusieurs

carrières mais surtout à l'échelle d'une intrusion granitique ou d'une formation sédimentaire. Dans le cas des pierres de construction de type granitique, notre approche montre aussi que certaines pierres de construction issues d'intrusions différentes dans un même batholite peuvent être distinguées. Ceci est possible même si de telles roches appartiennent à une seule province géologique (même âge, processus pétro-génétiques similaires dans un même contexte géotectonique). Donc, notre approche s'attend à être encore plus puissante pour discriminer des pierres de constructions de provenances et de pétrogenèses très diverses et à être généralisée.

A notre connaissance, cette étude est un exemple unique et innovant de l'approche multidisciplinaire afin de caractériser les pierres de construction d'origine granitique et sédimentaire de nature carbonatée. Nos résultats et l'approche générale illustrée dans ce travail ne sont pas seulement d'intérêts pour les professionnels (géologues et producteurs) mais pour toute personne utilisant les pierres de construction (par exemple, les maîtres d'ouvrage et les maîtres d'œuvre).

2. Etude des pierres de construction de type granitique

Les associations de roches classiques dans des intrusions granitiques et qui aident habituellement les pétrologues à distinguer différents massifs granitiques (voir Philpotts, 1990 ; Didier et Barbarin, 1991 ; et références incluses) ne sont pas prises en compte dans cette étude. Seuls les types strictement commercialisés des pierres de constructions sont étudiés. En effet, l'approche que nous cherchons à tester ici doit (1) fournir une carte d'identité à un faciès granitique donné et exploité, indépendamment de son contexte géologique et des roches génétiquement associées mais non exploitées, et (2) être censée s'appliquer à des échantillons de pierres de construction d'origine inconnue, provenant des chantiers distincts de leur lieu d'extraction. Un exemple d'une situation réaliste est l'expertise de la provenance d'une pierre utilisée sur un chantier. L'approche suppose de connaître la variance d'une population de référence d'échantillons choisis comme représentatifs de la pierre de construction concernée. Dans de telles conditions, nous allons examiner comment il est possible de quantifier le degré jusqu'auquel un échantillon donné est similaire (ou dissemblable) à un groupe d'échantillons précédemment caractérisé. Notre approche supposera arbitrairement que la variance de la population à partir duquel un échantillon

unique de provenance « inconnue » ne dépasse pas celle de la population de référence à laquelle il est comparé.

Deux pierres de construction extraites de deux intrusions granitiques différentes de deux batholites différents, le granit « gris » du Tarn et le granit « rose » de La Clarté, et deux pierres de construction extraites de deux intrusions granitiques différentes d'un même batholithe du Massif Armoricain, le granit « gris-bleu » de Louvigné et le granit « bleu » de Lanhélin, sont caractérisées (Fig. 2). Elles constituent les quatre populations de référence dans notre approche. Six échantillons locaux erratiques dont la provenance est incertaine sont utilisés pour tester ces caractérisations et retrouver leur provenance. De plus, les quatre populations de référence sont comparées à sept échantillons de provenance étrangère.

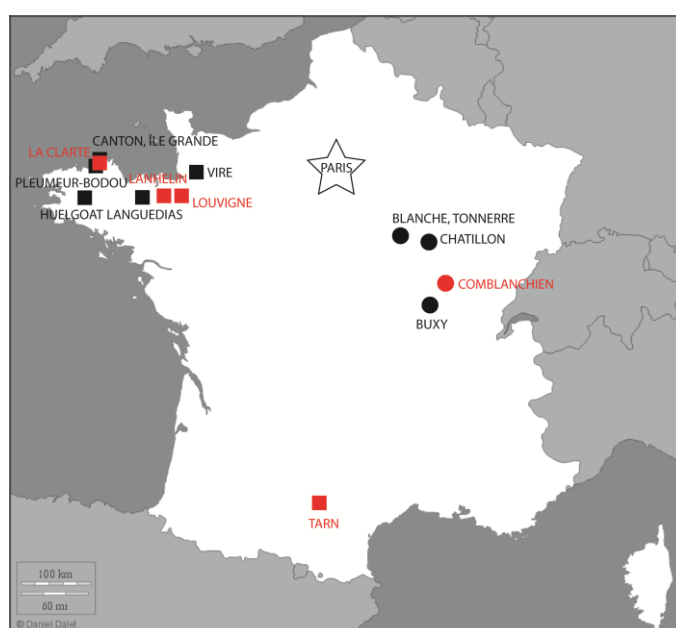


Fig. 2 : Localisation des pierres de construction françaises concernées dans cette étude (carrés et ronds rouges) et des pierres de constructions françaises citées mais non étudiées (carrés et ronds noirs). Les carrés représentent les roches granitiques et les ronds les roches sédimentaires.

Il est connu que si certains magmas à partir desquels les roches granitiques sont formées sont strictement les mêmes (mêmes sources, mêmes processus de différenciation et mêmes conditions de cristallisation) et du même âge, les outils classiques pétro-géochimiques seuls (analyse modale, les éléments majeurs, en traces et isotopiques) vont échouer dans la discrimination des différentes roches de différentes provenances (Philpotts, 1990 ; Best et Christiansen, 2000). Par conséquent, nous avons complété notre étude par la détermination de certaines propriétés magnétiques (par exemple, l'aimantation naturelle rémanente, la susceptibilité magnétique et son anisotropie) en essayant d'établir une combinaison optimale d'outils de discrimination des pierres de construction à différentes échelles. L'intégration de

cette étude alliant les analyses pétro-géochimiques et géophysiques est possible par l'utilisation d'analyses statistiques telles que des Analyses en Composantes Principales (ACP), Factorielle Discriminante (AFD) et des Classifications Ascendantes Hiérarchiques (CAH). Des tests de propriétés quantitatives pétrologiques, géochimiques et géophysiques supplémentaires et/ou alternatifs (par exemple, la distribution de la taille des grains, l'analyse chimique des phases minérales, les courbes thermomagnétiques) ne sont pas présents dans cette étude.

3. Etude des pierres de construction de type sédimentaire (carbonaté)

L'objet d'étude concernant les pierres de construction de type sédimentaire carbonaté est la pierre calcaire de construction de Comblanchien (Fig. 2), utilisée en France dans de nombreux bâtiments et la plus sujette aux problèmes d'usurpations. Actuellement, il y a quatre carrières actives exploitant le calcaire de Comblanchien. Ce calcaire a des caractéristiques physiques et ornementales qui en font une pierre de construction noble. En conséquence, la tentation est grande pour certains professionnels de remplacer le calcaire de Comblanchien par d'autres roches calcaires qui, si elles ne sont pas forcément de moindre qualité restent moins coûteuses.

Les objectifs de cette étude sur les calcaires sont les mêmes que pour les pierres de construction de type granitique : (1) fournir une caractérisation quantitative de la pierre calcaire de Comblanchien en utilisant des outils pétrologiques et géochimiques, qui peuvent constituer les éléments d'une garantie de sa provenance et (2) tester la validité de la méthode en comparant le calcaire de Comblanchien avec l'un de ses concurrents. Un exemple d'une situation réaliste de cette étude est aussi l'expertise de la provenance de trois pierres de constructions utilisées sur un chantier. Les résultats obtenus sont analysés statistiquement grâce à des ACP, CAH et AFD.

Problématiques :

Quelles sont les échelles spatiales et les outils permettant le développement d'un protocole analytique d'identification par caractérisation et discrimination des pierres de construction de type granitique et de type sédimentaire ? Ce protocole permettra-t-il de développer une labellisation industrielle des pierres de construction ?

*Caractérisation
d'une pierre
naturelle
de construction*

Caractérisation d'une pierre naturelle de construction

SOMMAIRE

<i>1. Définition d'une pierre naturelle de construction.....</i>	<i>27</i>
<i>2. Caractérisation d'une pierre naturelle de construction.....</i>	<i>27</i>
<i>3. Echantillonnage.....</i>	<i>32</i>
<i>4. Méthodes et techniques de caractérisation.....</i>	<i>32</i>
<i>5. Traitement statistique des données.....</i>	<i>40</i>
<i>6. Création de bases de données.....</i>	<i>45</i>

1. Définition d'une pierre naturelle de construction

La **pierre naturelle de construction** désigne toute roche employée dans la construction. Les pierres utilisées en construction doivent avoir une résistance mécanique suffisante, ainsi qu'une durabilité en rapport avec leur prix de mise en œuvre, celui-ci cumulant : l'extraction, l'acheminement et la préparation. Les principales roches utilisées en construction sont le granite, le calcaire, le grès, la pierre meulière, les marnes, l'ardoise et le marbre (au sens géologique des termes). Il existe deux principaux types de pierres naturelles de construction (au sens d'appellation commerciale ; Foucault et Raoult, 2001 ; NF EN 12670, 2002) :

- le granit : pierre naturelle compacte, grenue de nature pétrographique quelconque et susceptible d'être polie, utilisée en décoration et dans le bâtiment, composée principalement de minéraux tels que le quartz et le feldspath de dureté comprise entre 5 et 7 sur l'échelle de dureté (échelle de Mohs), et qui comprend par exemple le granite (au sens géologique du terme) mais aussi d'autres roches plutoniques, des roches volcaniques à structure porphyrique, des roches métamorphiques de composition minéralogique similaire à celle des granitoïdes.
- le marbre : ce terme s'étend à toute pierre naturelle cristalline, qui se compose principalement de calcite, ou de dolomite, susceptible de prendre un beau poli et d'être utilisée en décoration ; ce terme s'applique le plus souvent à des calcaires compacts, des calcaires cristallins, des calcaires métamorphiques (marbre au sens géologique), des conglomérats, des travertins, des roches dolomitiques et des serpentinites (plus tendres et moins résistantes aux rayures et aux acides).

2. Caractérisation d'une pierre naturelle de construction

La **caractérisation d'une pierre de construction** consiste à identifier les propriétés distinctives (chimiques, physiques, mécaniques,...) qu'elle possède, marquer le caractère distinctif de cette pierre en mettant en relief ses traits dominants.

Plusieurs études démontrent l'importance commerciale et environnementale de caractériser une pierre de construction (par exemple, Jefferson, 1993 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Doehne et Price, 2010 ; Fronteau et al., 2010 ; Hyslop et al., 2010 ; Stastna et al., 2011). La caractérisation et la connaissance de la provenance d'un type donné de pierre de construction

est d'un grand intérêt dans la **restauration des monuments historiques** (Garcia-Talegon et al., 1999 ; Dreesen et Dusar, 2004 ; Lott et Cameon, 2005 ; McMillan et al., 2006 ; NF EN 12407, 2000 ; Rozenbaum et al., 2008 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Fort et al., 2010 ; Török et Prikryl, 2010). Plusieurs exemples d'identification des carrières d'origine ont été récemment effectués afin de retrouver exactement la nature des pierres utilisées initialement (Galán et al., 1999 ; Gomez-Heras et Fort, 2004 ; Dreesen et Dusar, 2004 ; Capedri et Venturelli, 2005 ; Carta et al., 2005 ; Nijland et al., 2006 ; Colao et al., 2010 ; Fort et al., 2010). En effet, lors de la restauration d'un monument historique, il convient de choisir comme pierre de remplacement la même pierre utilisée lors de la construction initiale (Török et Prikryl, 2010). Dans le cas du patrimoine architectural remarquable (Arc de Triomphe, Opéra de Paris...), cela ne pose pas de difficultés majeures dans la mesure où les archives de construction du monument indiquent l'utilisation d'un certain type de pierre et même la localisation exacte de l'origine des carrières (Fort et al., 2010). Par contre, dans le cas d'un monument moins remarquable ou beaucoup plus ancien, il est primordial de trouver, d'évaluer ou de prouver ce qui est écrit dans les archives de construction (Fort et al., 2010). De plus, la localisation inconnue des anciennes carrières d'exploitation, leur disparition, ou l'absence d'archives de construction (Török et Prikryl, 2010) peuvent rendre difficile la restauration d'un monument historique en utilisant les pierres de construction adéquates (Devos et al., 2010). La caractérisation des pierres de construction et l'identification de leur provenance doit permettre de retrouver exactement la nature des pierres utilisées initialement et leur provenance ou de conduire à l'utilisation de matériaux similaires et compatibles (estimation de la qualité des pierres de remplacement) dans le cas où les pierres originelles ne sont plus exploitées (Dreesen et Dusar, 2004 ; Rozenbaum et al., 2008 ; Fort et al., 2010). Par exemple, Götze et Siedel (2004), Götze et Siedel (2007) et Götze et al. (2007) ont démontré qu'il était possible de retrouver la source potentielle des pierres de construction de type grès utilisées dans certains monuments historiques dans la région Saxonne en Allemagne en développant une méthodologie principalement basée sur la combinaison de plusieurs analyses (pétrographie, microscopie à cathodoluminescence couplée avec une analyse d'images, Microscopie Electronique à Balayage).

La caractérisation des pierres de construction et la connaissance de leur provenance possède aussi des **applications archéologiques** (Capedri et Venturelli, 2003 ; Capedri et al., 2003 ; Degryse et al., 2003 ; Capedri et al., 2004 ; Inigo et al., 2005 ; Triscari et al., 2006 ; Pecchioni

et al., 2007 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Draganits, 2009 ; Kastenmeier et al., 2010). En effet, la pierre est le constituant principal dans l'architecture, dans l'ornementation, dans les monuments monolithiques et les statues... (Beardsley et Goles, 2001). De plus, la recherche de la provenance des matériaux archéologiques représente une partie fondamentale et indispensable de l'archéométrie¹ (Degryse et al., 2003). Mais, les recherches précises de caractérisation minéralogique, pétrographique et isotopique des pierres utilisées pour la construction peuvent encore faire défaut (par exemple, les sites archéologiques de Pompéi, Kastenmeier et al., 2010). De plus, les modifications anthropogéniques répandues dans certaines régions ne permettent pas d'identifier la position précise des anciennes carrières de matériaux de construction (par exemple, les sites archéologiques de Pompéi, Kastenmeier et al., 2010). Mais de nombreuses études ont permis d'identifier les pierres de construction de sites archéologiques et de retrouver le positionnement potentiel des carrières initialement exploitées. Par exemple, Draganits (2009) retrouve la provenance des pierres de construction utilisées dans le Sanctuaire Archaïque de l'Île de Despotiko (Cyclades) grâce à l'étude macroscopique in situ des pierres. Ces pierres ont théoriquement été extraites directement sur l'île. Comme autre exemple, Kastenmeier et al. (2010) proposent d'effectuer la reconstruction des paléo-environnements de la région de Pompéi pendant l'Holocène, et de trouver la provenance des matières premières utilisées pour les sites archéologiques dans cette zone, mais aussi de retrouver la route commerciale éventuelle entre la localisation des carrières d'extraction et la ville de Pompéi. La caractérisation des pierres de construction et l'identification de leur provenance permet ainsi de connaître les trajets commerciaux à un endroit et à une époque donnée (Antonelli et al., 2003). De plus, les pierres de constructions reflètent la géologie locale et peuvent ainsi fournir des informations précieuses sur l'activité des carrières historiques (Török et Prikryl, 2010). Par exemple, en caractérisant les pierres de construction sur le site archéologique de Sagalassos au sud-ouest de la Turquie, Degryse et al. (2003) ont pu identifier des périodes d'activités intenses de construction, un changement de type de pierres de construction au fil des périodes historiques (importation de calcaires blancs de meilleure qualité), des différentes phases successives de construction d'un temple antique. Enfin, la détermination de la provenance permet de retrouver l'histoire de la construction d'un monument (Hora et Hancock, 2008), formuler des interprétations concernant les échanges commerciaux, les arts et traditions culturelles du passé (Acquafredda et al. 1999 ; Cackler et

¹ Discipline scientifique mettant en œuvre des méthodes physiques ou chimiques pour les études archéologiques. Ces méthodes comprennent des études de sédimentologie, botanique,... et des analyses des matériaux dans un objectif de datation des objets et des sites archéologiques.

al. 1999 ; Gratuze, 1999 ; Beardsley et Goles, 2001 ; Capedri et Venturi, 2003 ; Capedri et al. 2003 ; Dreesen et Duser, 2004). Elle se trouve à la base de la question fondamentale posée par les archéologues : d'où cela peut-il provenir (Beardsley et Goles, 2001) ?

Ensuite, la caractérisation des pierres de construction permet d'avoir une meilleure connaissance du **comportement du matériau** lors de la construction, de l'entretien ou de la rénovation de bâtiments (Brand, 1995 ; Fronteau et al., 1999 ; Torraca, 2009 ; Doehne et Price, 2010 ; Török et Prikryl, 2010). En effet, même si certaines pierres ont une composition identique (minéralogique, chimique,...), leurs comportements peuvent être différents (Doehne et Price, 2010). Par exemple, dans le cas de roches calcaires, leurs modes de détérioration dépendent plus de leur porosité, de la forme de leurs pores, de la distribution de la taille des pores et de la taille des grains que de leur composition chimique (Doehne et Price, 2010). Cette différence de comportement, si elle n'est pas identifiée et caractérisée, peut avoir des conséquences à long terme sur la pose de ces matériaux. De plus, le comportement d'une pierre de construction dépendra aussi bien de ses propriétés intrinsèques (composition, texture, structure, couleur, porosité,...) que des conditions environnementales auxquelles elle est soumise à l'intérieur ou à l'extérieur d'un monument (Rives et al., 2006). L'étude du comportement d'un matériau grâce à sa caractérisation représente aussi un grand intérêt dans la **préservation et la durabilité des pierres de construction** face à leur altération et à leur détérioration naturelle (Valdeon et al., 1996 ; Fronteau et al., 1999 ; Antonelli et al., 2003 ; Moropoulou et al., 2003 ; Dreesen et Duser, 2004 ; Rives et al., 2006 ; Lazzarini et al., 2007 ; Cardell et al., 2008 ; Hora et Hancock, 2008 ; Gunes Yilmaz et al., 2009 ; Siedel, 2010 ; Török et Prikryl, 2010 ; Thomachot-Schneider et al., 2011). Par exemple, la caractérisation de l'altération d'un calcaire doit comporter une analyse fine de son microfaciès sédimentologique (les éléments figurés tels que les oolites, les bioclastes,... ; Fronteau et al., 1999). En effet, ces mêmes auteurs corrélaient le faciès d'une roche calcaire et son altération après mise en place. Ils différencient les effets de « l'altération privilégiée » (contrôlée par le microfaciès) et de « l'altération développée » (déterminée par les facteurs externes d'exposition). Cette caractérisation et cette distinction permettent d'utiliser au mieux une roche calcaire et de prévoir sa durabilité. D'après ces mêmes auteurs, l'étude du comportement en œuvre d'un calcaire devrait inclure l'analyse de la roche, de l'environnement d'exposition mais aussi des conditions de mise en œuvre. Les causes et les mécanismes de la détérioration de la pierre peuvent être uniquement étudiés sur la base d'une

bonne connaissance de la composition minéralogique et texturale de la pierre de construction concernée. Parallèlement aux facteurs externes (climat, air, pollution ; Dreesen et Dusar, 2004 ; Götze et Siedel, 2007, les propriétés pétrographiques d'une pierre vont influencer les processus d'altération.

Un dernier aspect de l'importance de la caractérisation de la pierre de construction est le **problème d'usurpations** de pierres par d'autres généralement moins chères. Après la deuxième partie du XXe siècle, lorsque les facilités de transport rapide (train, route, bateaux) ont été développés, le commerce de la pierre à long distance est devenu le cadre des activités de construction au quotidien (Török et Prikryl, 2010). Aujourd'hui, le marché de la pierre de construction représente une activité mondiale économique importante (Dreesen et Dusar, 2004). De grands échanges internationaux se produisent avec de potentielles fraudes entre des pierres aux faciès comparables et de provenances diverses. En Europe, le marché est dominé par des pierres importées (granites, grès, calcaires,...) d'Asie, d'Afrique et d'Amérique du Sud (Dreesen et Dusar, 2004 ; Montani, 2009 ; Török et Prikryl, 2010). La concurrence internationale augmente non seulement parce que les coûts de main d'œuvre peuvent être faibles dans certains pays, mais aussi par l'absence de réponse à une demande croissante. En outre, les pierres de construction sont également soumises à la contrefaçon pour assurer des marges de profit plus grandes et/ou pour facilement répondre à une demande. Le prix relativement bas des pierres importées exerce une pression économique sur les professionnels de la pierre (entrepreneurs, restaurateurs) et donc met l'utilisation de la pierre en danger (Török et Prikryl, 2010). Par exemple, le collage de pierres différentes possédant un aspect visuel proche, les colorants artificiels, ou des traitements chimiques pour masquer les taches ou les décolorations (Nicaise et Steenhoudt, 2009) sont parmi les contrefaçons les plus courantes. Les pierres importées sont vendues sous divers noms commerciaux qui sont souvent trompeurs quant à leurs vraies propriétés intrinsèques physiques et chimiques (Dreesen et Dusar, 2004). Il est donc nécessaire de certifier l'origine géographique (provenance) de certaines roches utilisées dans l'industrie (contrôle qualité), surtout lorsque la qualité du produit utilisé doit être garantie ou certifiée (notamment pour la construction et la restauration).

3. Echantillonnage

L'**échantillonnage** représente une partie essentielle de la caractérisation et de la provenance des pierres (Beardsley et Goles, 2001). Un échantillonnage minutieux et complet est en outre nécessaire afin de s'assurer que les échantillons soient représentatifs de la pierre de construction que l'on veut caractériser (Hyslop et al., 2010), et non pas des caractéristiques géologiques (pétrologie, texture...) du massif granitique ou de la série sédimentaire dans lesquels les pierres sont exploitées. C'est le préalable à toute démarche analytique et interprétative qui aboutira à l'identification des objets servant de sources aux pierres de construction. De plus, un échantillonnage pertinent peut servir d'étalonnage secondaire lors d'analyses répétées (Beardsley et Goles, 2001).

La **stratégie d'échantillonnage** doit répondre essentiellement à trois questions, dans le cadre de la caractérisation des pierres de construction et de l'identification de leur provenance (Beardsley et Goles, 2001; et références incluses) : (1) l'échantillon est-il suffisamment grand pour être représentatif de la pierre de construction et pour permettre d'effectuer toutes les analyses au laboratoire ? (2) l'échantillon possède-t-il les mêmes caractéristiques que la pierre de construction à identifier ? (3) Combien d'échantillons sont suffisants pour représenter la variance attendue dans une population ?

En ce sens, un échantillonnage pour caractériser une pierre de construction diffère d'un échantillonnage classique géologique, destiné par exemple à caractériser un massif granitique ou une formation sédimentaire. Il s'agit, non pas de caractériser les différents faciès représentatifs de l'objet géologique, mais les roches effectivement exploitées ou exploitables en termes de pierres de construction.

L'aspect macroscopique (couleur, hétérogénéités, minéraux,...) des échantillons permet de savoir si les échantillons sont représentatifs de la pierre de construction à identifier. L'hypothèse sous-jacente faite dans l'étude de la provenance est qu'une pierre de construction est homogène (e.g. composition chimique uniforme). L'échantillonnage de moins de cinq échantillons suffit pour une carrière (Beardsley et Goles, 2001).

4. Méthodes et techniques de caractérisation

Plusieurs **méthodes et techniques de caractérisation** sont bien établies. Les propriétés pétrophysiques, physiques, thermiques, électriques, mécaniques décrites par de nombreux

auteurs sont pertinentes pour caractériser et distinguer les pierres de constructions (Fig. 3 ; par exemple, Robertson, 1982 ; Borelli et Umland, 1999 ; Garcia-Talegon et al., 1999 ; Svahn, 2006 ; Benavente et al., 2004 ; Calcaterra et al., 2004 ; Aydin et Basu, 2005 ; Benavente et al., 2007 ; Cardell et al., 2008 ; Cnuddle et al., 2009 ; Fort et al., 2010 ; Fronteau et al., 2010 ; Hyslop et al., 2010). En France, un certain nombre des propriétés (résistance de l'adhérence, caractéristiques thermiques, absorption d'eau par capillarité, masse volumique, porosité ouverte, perméabilité, essais de durabilité – résistance au feu, au gel, aux chocs thermiques, à l'usure –...) sont acquises par le CTMNC à Clamart et par différents autres laboratoires (e.g. INSA). Elles ne font pas l'objet de cette étude.

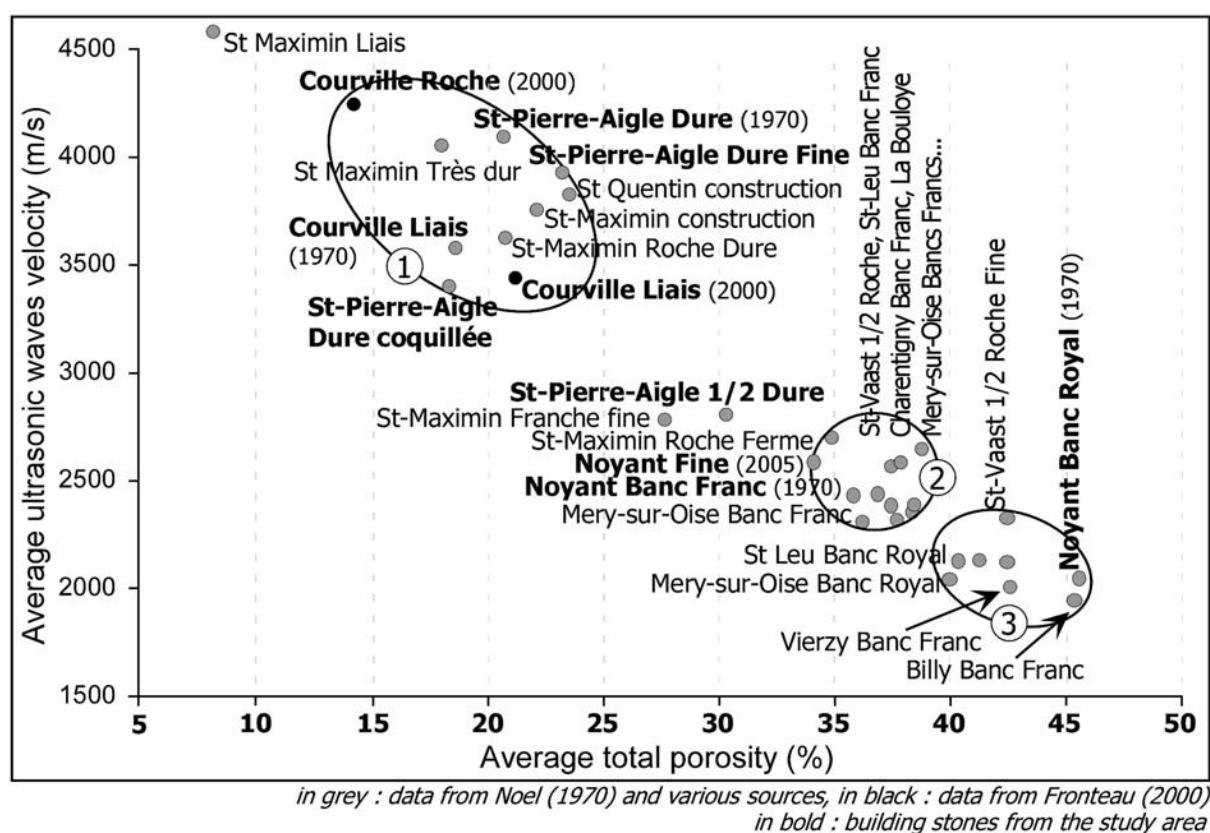


Fig. 3 : Corrélations entre le pourcentage de porosité totale et la vitesse des ondes ultrasoniques de pierres de constructions provenant de la formation des calcaires lutétiens du Bassin de Paris. 1 : Porosité moyenne, 2 : Porosité forte et 3 : Porosité très forte. (d'après Fronteau et al., 2010).

La **péetrographie** (la description des roches et l'analyse de leurs caractères structuraux, minéralogiques) est l'outil de base (Adams et MacKenzie, 1998 ; Galán et al., 1999 ; Capedri et al., 2003 ; Degryse et al., 2003 ; Capedri et al., 2004 ; Dreesen et Duser, 2004 ; Lott et Cameon, 2005 ; Blaüer et Kueng, 2007 ; Lazzarini et al., 2007 ; Reedy, 2008 ; Fort et al., 2010 ; Fronteau et al., 2010 ; Thomachot-Schneider et al., 2011). L'analyse pétrographique des échantillons de pierres de construction permet dans beaucoup de cas d'identifier les

matériaux de construction d'origine et de déterminer le meilleur type de pierre de remplacement disponible lors de la rénovation des monuments (Galán et al., 1999 ; Hyslop et Albornoz-Parra (2009) ; Stastna et al., 2009 ; Fort et al., 2010 ; Hyslop et al., 2010 ; Stastna et al., 2011). Les caractéristiques pétrographique et minéralogique des pierres de constructions sont de fait les analyses les plus communes dans le processus de caractérisation des matériaux (Szczepaniak et al., 2008 ; Török and Prikryl, 2010).

Les **techniques d'analyse pétrographique** employées sont nombreuses, par exemple : la microscopie optique polarisante (Fronteau et al., 1999 ; Galán et al., 1999 ; Antonelli et al., 2003 ; Degryse et al., 2003 ; Calcaterra et al., 2004 ; Capedri et al., 2004 ; Götze et Siedel, 2004 ; Capedri et Venturelli., 2003 ; Capedri et al, 2003 ; Moropoulou et al., 2003 ; Capedri et Venturelli., 2005 ; Carta et al., 2005 ; Triscari et al., 2006 ; Götze et Siedel, 2007 ; Reucher et al., 2007 ; Liritzis et al., 2008 ; Rozenbaum et al., 2008 ; Draganits, 2009 ; Götze, 2009 ; Hyslop et Albornoz-Parra, 2009 ; Stastna et al., 2009 ; Fort et al., 2010 ; Fronteau et al., 2010 ; Kastenmeier et al., 2010 ; Siegesmund et al., 2010 ; Gliozzo et al., 2011 ; Stastna et al., 2011), la Microscopie Electronique à Balayage (MEB ; Galán et al., 1999 ; Carta et al., 2005 ; Götze et Siedel, 2007 ; Lazzarini et al., 2007 ; Reucher et al., 2007 ; Rozenbaum et al., 2008 ; Götze, 2009 ; Thomachot-Schneider et al., 2011), la cathodoluminescence (Long et Agrell, 1965 ; Coy-Yll, 1970 ; Arbey et al., 1999 ; Fronteau et al., 1999 ; Götze et Siedel, 2004 ; Götze et Siedel, 2007 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Götze, 2009 ; Stastna et al., 2009 ; Stastna et al., 2011) couplée ou non à l'imagerie de contraste d'interférence Kowarski (Microscopie Kowarski DIC, Nomarski et Weill, 1954 ; Götze, 2009) ou la diffraction X (Gay, 1965 ; Wadsworth et Baird, 1989 ; Galán et al., 1999 ; Antonelli et al., 2003 ; Moropoulou et al., 2003 ; Calcaterra et al., 2004 ; Carta et al., 2005 ; Götze et Siedel, 2007 ; Lazzarini et al., 2007 ; Reucher et al., 2007 ; Liritzis et al., 2008 ; Rozenbaum et al., 2008 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Stastna et al., 2009 ; Kastenmeier et al., 2010 ; Gliozzo et al., 2011 ; Stastna et al., 2011 ; Thomachot-Schneider et al., 2011). Par exemple, les études de Götze et Siedel (2004), Götze et Siedel (2007) et Götze et al. (2007) développent une méthodologie pour caractériser et différencier les différents types de grès dans la région de la Vallée de l'Elbe (Région Saxonne, Allemagne). Cette procédure est principalement basée sur la combinaison d'une description macroscopique de la roche, d'une analyse pétrographique (mode, texture, nature et distribution de la taille des grains, diffraction X), de la microscopie à cathodoluminescence (Fig. 4) couplée avec une analyse d'images, d'une analyse au MEB et de l'analyse des pores.

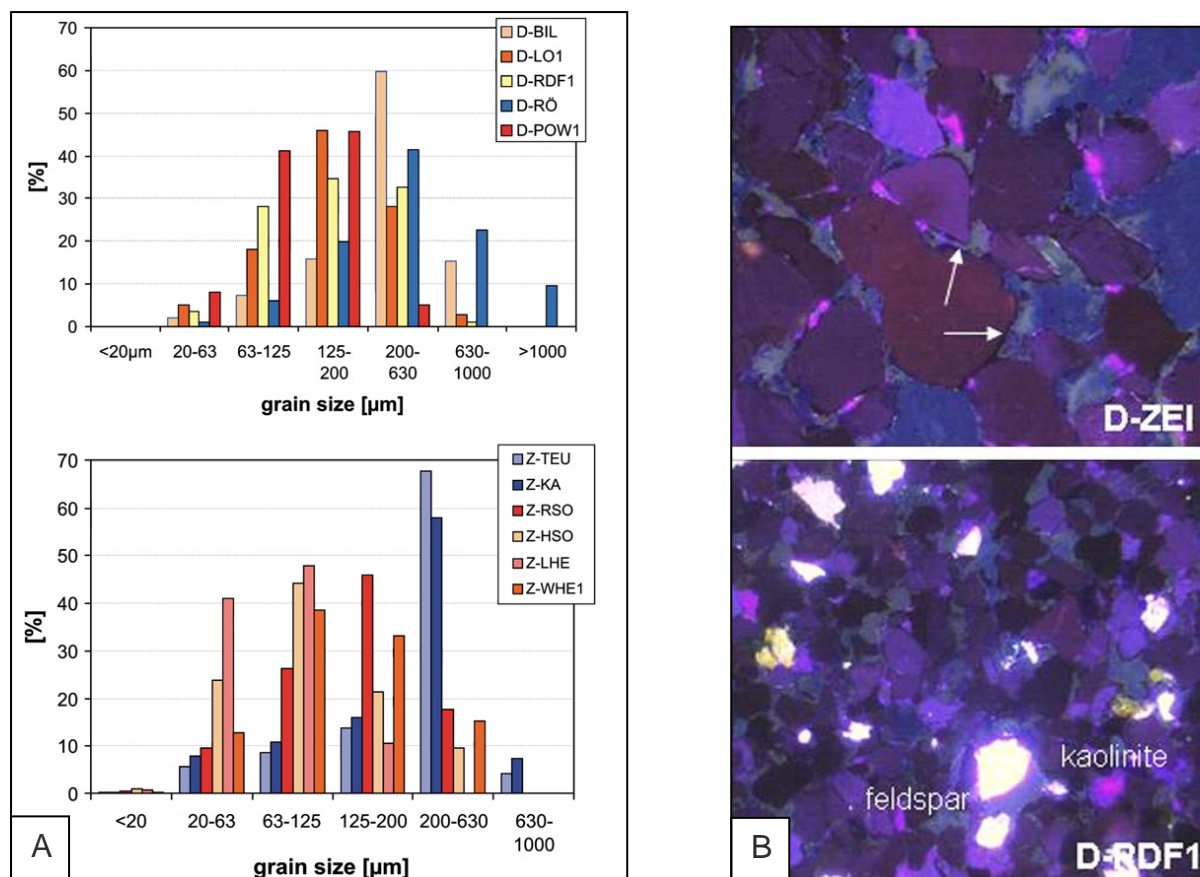


Fig. 4 : Combinaison de la distribution de la taille des grains (A) et de la microscopie à cathodoluminescence (B) pour caractériser et distinguer des roches sédimentaires type grès (d'après Götze et Siedel, 2007).

La **géochimie élémentaire en éléments majeurs et/ou en traces** est aussi une des méthodes les plus communes de caractérisation des matériaux (Garcia-Talegon et al., 1999 ; Capedri et al. 2003 ; Török and Prikryl, 2010). Cette analyse ainsi que **l'analyse des isotopes stables** permet la caractérisation des carrières utilisées dans la construction de monuments historiques (Galán et al., 1999 ; Capedri et al., 2004 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Stastna et al., 2009 ; Stastna et al., 2011). Par exemple, Siegesmund et al. (2010) couplent l'analyse géochimique en éléments majeurs et traces et l'analyse des isotopes stables du carbone et de l'oxygène (Fig. 5) pour étudier la provenance d'échantillons de marbres de construction. La combinaison géochimie-isotopes stables a aussi été utilisée afin de caractériser des matériaux de construction de sites archéologiques et trouver leur provenance (par exemple, site de Pompéi, Kastenmeier et al., 2010).

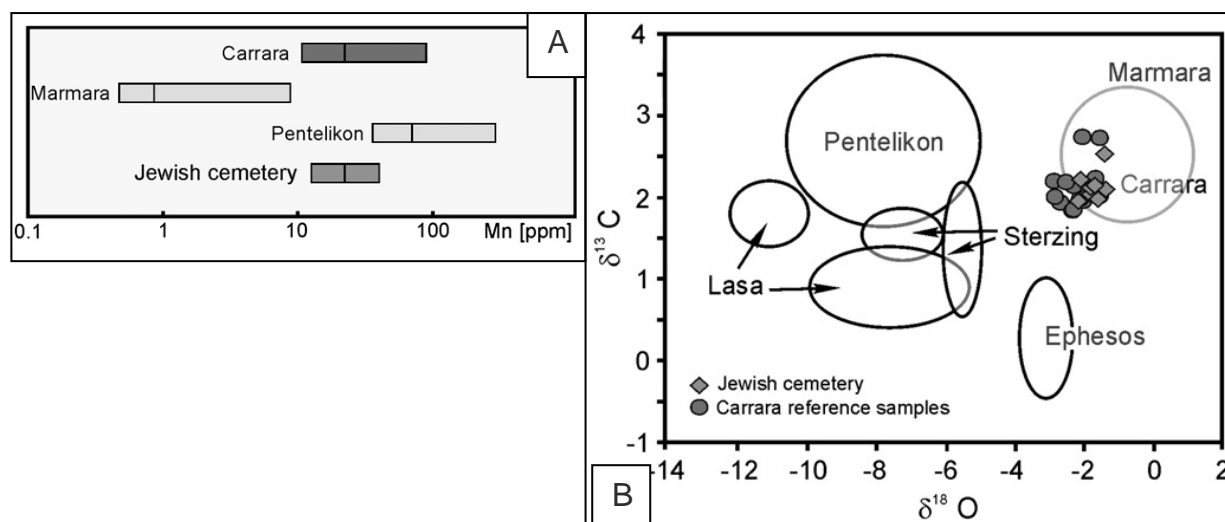


Fig. 5 : Combinaison et utilisation de l'analyse géochimique en Mn (ppm) (A) et en isotopes stables (B) pour retrouver la provenance des pierres de construction utilisées dans un cimetière juif à Hambourg (Allemagne ; d'après Siegesmund et al. 2010).

Par ailleurs, une étude préliminaire a été effectuée par Eurofins-LEM (2007) afin d'étudier la faisabilité des analyses de reconnaissance de pierre naturelle sur le cas de roches plutoniques. La méthode proposée dans cette étude est orientée vers une caractérisation chimique des constituants de la roche. Cette étude est axée autour de granitoïdes classiques de teinte grisée présentant des caractéristiques esthétiques et visuelles relativement proches. L'objectif principal réside dans l'identification de paramètres discriminants permettant de différencier un granit d'origine française d'un granit d'origine chinoise. Les analyses en laboratoire propres à la pré-étude de faisabilité d'identification chimique des roches plutoniques mettent en évidence une faisabilité réelle mêlant le faciès visuel de la roche et ses caractéristiques chimiques, et permettant l'établissement de paramètres discriminants lorsque l'identification du faciès visuel ne reste que subjective.

La détermination des éléments majeurs et traces peut être effectuée par plusieurs **techniques géochimiques** : la spectrométrie de fluorescence X (XRF ; Fig. 6 ; Acquafredda et al., 1999 ; Capedri et Venturelli., 2003 ; Capedri et al, 2003 ; Moropoulou et al., 2003 ; Calcaterra et al., 2004 ; Triscari et al., 2006 ; Reucher et al., 2007 ; Liritzis et al., 2008 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Colao et al., 2010 ; Kastenmeier et al., 2010 ; Siegesmund et al., 2010 ; Gliozzo et al., 2011 ; Thomachot-Schneider et al., 2011), la technique PIXE (Particule Induced X Ray Emission ; Atzori et al., 1996), la spectroscopie d'émission atomique par laser (LIBS ; Colao et al., 2010), par MEB couplée ou non à une Analyse Dispersive en Energie (EDS ; analyse des spectres d'un rayonnement de rayons X ; Acquafredda et al., 1999 ; Moropoulou et al.,

2003 ; Calcaterra et al., 2004 ; Capedri et al., 2004 ; Götze et Siedel, 2004 ; Lazzarini et al., 2007 ; Kastenmeier et al., 2010 ; Gliozzo et al., 2011), ou plus généralement par la spectrométrie de émission atomique ICP-AES pour les éléments majeurs par spectrométrie de masse couplée à un plasma inductif (ICP-MS pour les éléments en traces ; Galán et al., 1999 ; Garcia-Talegon et al., 1999 ; Gratuze, 1999 ; Capedri et Venturelli., 2003 ; Capedri et al., 2003 ; Capedri et Venturelli., 2005 ; Eurofins-LEM, 2007 ; Rozenbaum et al., 2008). Les analyses en isotopes stables sont effectuées par spectrométrie de masse (Galán et al., 1999 ; Antonelli et al., 2003 ; Capedri et al., 2004 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Stastna et al., 2009 ; Kastenmeier et al., 2010 ; Siegesmund et al., 2010 ; Stastna et al., 2011).

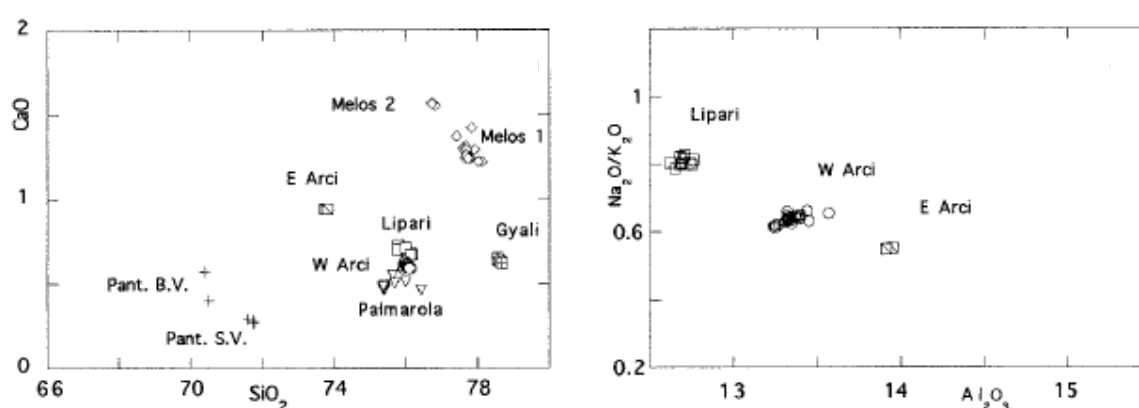


Fig. 6 : Analyses chimiques en XRF (d'après Acquafredda et al., 1999). Regroupement des obsidiennes en fonction de leurs compositions chimiques.

Les **propriétés magnétiques** des pierres de constructions ont aussi été utilisées pour la caractérisation des matériaux et de leur provenance (Török and Prikryl, 2010), par exemple l'utilisation de la susceptibilité magnétique (Fig. 7 ; Williams Thorpe et Thorpe, 1993 ; Capedri et Venturelli, 2003 ; Capedri et Venturelli, 2005).

D'autres méthodes et techniques de caractérisation peuvent être utilisées pour caractériser les pierres naturelles de construction. Par exemple, l'analyse de la couleur (Gökay et Gundogdu, 2008 ; Fort et al., 2010 ; Prieto et al., 2010 ; Thomachot-Schneider et al., 2011), la géochronologie (e.g. $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, Karner et al., 2001), ou la radioactivité (Radiation Gamma – particules α , β et gamma rays- et mesures des teneurs en U, Th, K et Rb ; Liritzis et al., 2008).

Les différentes méthodes et techniques de caractérisation peuvent être utilisées seules ou peuvent être combinées. Par exemple, Capedri et al. (2003) combinent une étude pétrographique et une étude géochimique, Capedri et Venturelli (2003) et Capedri et Venturelli (2005) combinent la pétrographie, la géochimie et la susceptibilité magnétique afin

de caractériser les matériaux de construction, ou même Bourne (1993) qui combine la susceptibilité magnétique, la densité et l'analyse modale pour caractériser des plutons granitiques.

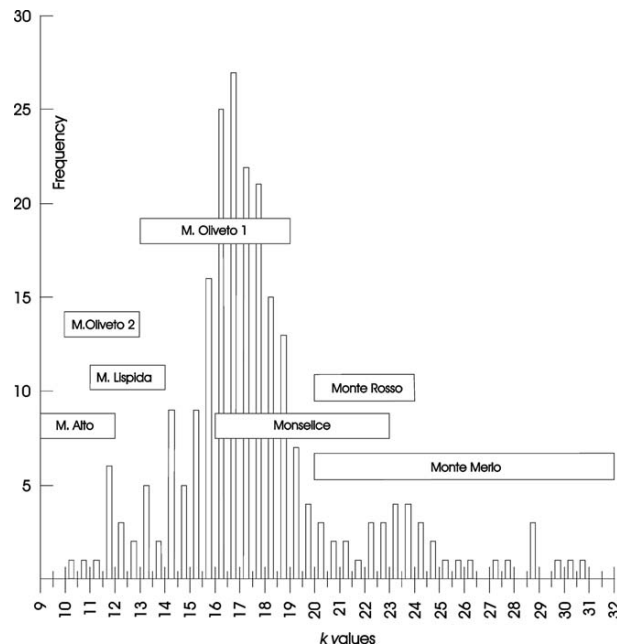


Fig. 7 : Distribution des fréquences des valeurs de susceptibilité magnétique mesurées sur 230 carottes de trachytes issues d'un monument. Cette distribution enregistre différentes localités de carrières dont sont issus les blocs de trachytes du monument (d'après Capedri et Venturelli, 2005).

Galán et al. (1999) proposent une méthodologie combinant la lecture des archives, l'échantillonnage, la pétrographie, la géochimie élémentaire et en isotopes stables, et les propriétés physiques (porosité, capillarité, densité, ultra sons...), afin de localiser les carrières d'origine utilisées dans la construction des monuments historiques (Fig. 8). Enfin, Götze et Siedel (2004) proposent une autre méthodologie consistant en une combinaison d'une description macroscopique de la roche, d'une analyse pétrographique, de la microscopie à cathodoluminescence couplée avec une analyse d'images, d'une analyse au MEB et de l'analyse des pores (Fig. 8).

Le **choix des méthodes et des techniques analytiques** dépend de nombreux paramètres. La plupart de ces méthodes et ces techniques ont un potentiel pour une large utilisation dans la discrimination et la découverte des provenances des matériaux, étant robustes, rapides, quantitatives, efficaces et surtout non-destructives (Acquafredda et al., 1999). Cependant, elles possèdent l'inconvénient de posséder des coûts de fonctionnement élevés et un temps d'analyse relativement long.

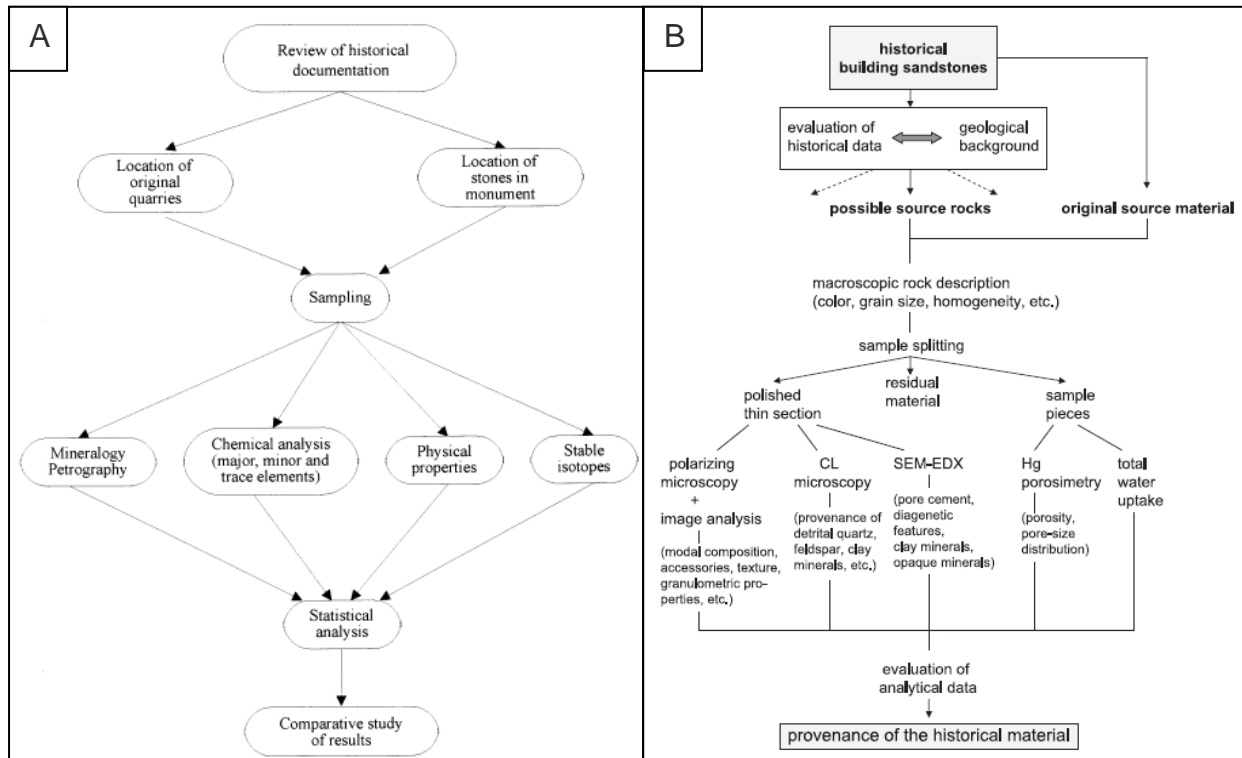


Fig. 8 : Différentes méthodologies de caractérisation des pierres de construction. (A) Méthodologie de Galán et al. (1999) et (B) Méthodologie de Götze et Siedel (2004).

Nous voulons développer une approche et un protocole analytique ayant un usage généralisé pour la caractérisation et la discrimination des pierres naturelles de construction et la provenance d'échantillons inconnus. De ce fait, il est important de minimiser les coûts et les temps d'analyse (exemple d'application : expertise d'un chantier en cours). Il est aussi important de prendre en compte le caractère banal ou non et facile d'accès des équipements nécessaires. Par exemple, les applications de la microscopie par cathodoluminescence, de la technique PIXE, de la LIBS, ou l'imagerie de contraste d'interférence Kowarski, aux matériaux de construction, sont relativement rares et peu de laboratoires de Sciences de la Terre possèdent les équipements nécessaires. Nous avons donc choisi d'utiliser, dans un premier temps, les méthodes et techniques analytiques les plus classiques en géologie, les plus faciles à mettre en œuvre (technicité et savoir faire limité, temps et coût d'analyse raisonnables), les plus objectives (avec le moins de manipulation et donc de perturbation de l'opérateur), les plus indépendantes et les plus facilement reproductibles. Dans le cas où ces méthodes et techniques analytiques ne seraient pas suffisantes pour caractériser et discriminer les pierres de construction ciblées, dans un deuxième temps, des méthodes et techniques analytiques plus lourdes, plus précises donc plus chères (telles que la cathodoluminescence, le MEB,...) pourraient être envisagées.

5. *Traitement statistique des données*

Au delà de l'analyse statistique d'un type de données, qui est un préalable nécessaire au regard de l'échantillonnage effectué, l'analyse de la pertinence et de la robustesse d'un ensemble de données analytiques variées peut se faire via une Analyse en Composantes Principales (ACP ; Ragland et al., 1997). L'ACP autorise la détermination des différentes variables discriminantes pour la caractérisation d'un jeu de données comme des données pétrologiques, géochimiques, texturales.... Pour Le Maitre (1982), l'ACP est probablement l'une des plus robustes des techniques statistiques multivariées en pétrologie. Parallèlement, Atzori et al. (1996) utilisent l'ACP couplée à une deuxième approche statistique, la Classification Ascendante Hiérarchique (CAH), appliquée à un exemple d'identification de la localisation de carrières. D'autres auteurs ont également utilisé l'ACP pour leur étude d'identification de carrières, et de caractérisation des pierres (Fig. 9 ; Benavente et al., 2007 ; Liritzis et al., 2008 ; Colao et al., 2010). L'ACP s'est ainsi révélée être un outil puissant dans l'étude des propriétés des matériaux de construction (recherche de la provenance ou des pierres de remplacement semblables). Elle permet en outre de fournir des diagrammes simples et de limiter le nombre de variables (Moropoulou et Polikreti, 2009). D'autres travaux plus rares font appel à une autre analyse statistique basée sur la Méthode Inertie basée sur la représentation « HJ-biplot » (Garcia-Talegon et al., 1999 ; Inigo et al., 2005) . Cette méthode est basée sur « le critère d'Inertie ou de variance » proposé par Benzécri (1985). Le principe est de trouver un axe u , issu d'une combinaison linéaire des variables initiales, tel que la variance du nuage autour de cet axe soit maximale. Pour bien comprendre, imaginons que la variance de u soit égale à la variance du nuage ; on aurait alors trouvé une combinaison de variables qui contient toute la diversité du nuage original. La méthode « HJ-biplot » est une représentation technique symétrique et simultanée des lignes (échantillons) et des colonnes (variables) sur le même graphique. Elle permet d'étudier les relations entre les variables et les échantillons et donc d'identifier les variables discriminantes dans la création de différents groupes d'échantillons (Fig. 9). La Méthode Inertie basée sur la représentation « HJ-biplot » permet donc aussi, comme l'ACP, la caractérisation et la distinction de différents groupes d'échantillons et de retrouver l'origine de leur carrière d'extraction.

Une synthèse bibliographique concernant les méthodes et techniques employées pour la caractérisation des pierres de construction est présentée dans le Tableau 1.

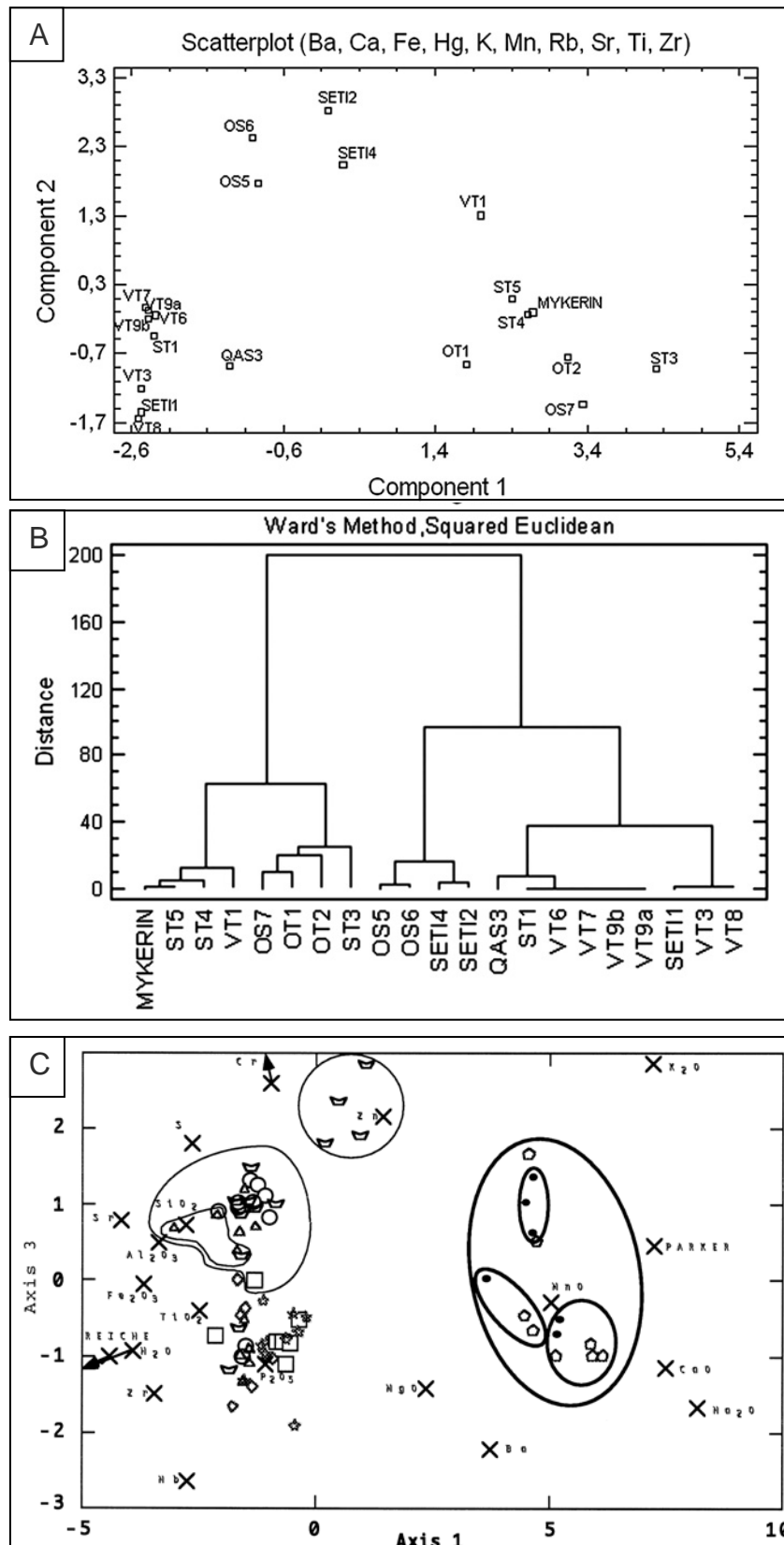


Fig. 9 : (A) Analyse en Composantes Principales (ACP) et (B) Classification Ascendante Hiérarchique (CAH) sur des échantillons de calcaires (d'après Liritzis et al., 2008). (C) Représentation de l'analyse en HJ-Biplot. Regroupement des échantillons entre eux sur les plans factoriels principaux 1 et 3 (d'après Garcia-Talegon et al., 1999).

Caractérisation d'une pierre naturelle de construction

Auteurs	Types de roches	Méthodologie utilisée																	Notes
		Pétrographie			Chimie (Majeurs, traces, isotopes)							Datation		Magnétisme	Péto-Physiques, physiques, mécaniques				
Macroscopie	Microscopie	Cathodoluminescence	MEB-EDS	XRF	XRD	PIXE	ICP-MS	LIBS	Isotopes Stables	Air/Air	Susceptibilité	Ultrasons	Densité	Porosité	Conductivité	Radioactivité	ACP et CAH	Hi-Biplot	
Acquafredda et al. 1999	Obsidiennes	X			X	X													Caractérisation et discrimination de chaque obsidienne Analyse en 16 axes et microspectroscopie laser des obsidiennes au MEB Combinaison MEB et XRF est bonne pour la caractérisation et discrimination XRF seule n'est pas suffisante
Antonelli et al. 2008	Marbre, brèche, calcaire	X	X				X			X									Analyses sont utiles pour l'identification et la détermination de la provenance des pierres de construction pour étayer les routes d'échange Toutes les analyses sont au même niveau
Atsori et al. 1996	Roches silicatées éoloditiques	X					X										X		Méthode PIXE rapide, quantitative, sans standardisation, mais peu utilisée Présentation de données, surtout les plus abondantes et par tous les traces Combinaison PIXE + XRF efficace pour l'identification des carrières d'origine des pierres de construction
Benavente et al. 2007	Roches sédimentaires	X	X											X			X		Influence des propriétés pétro-physiques sur l'altération des roches poreuses, liens entre propriétés mécaniques et la durabilité des pierres Pas de réelle caractérisation des matériaux, que des données pétro-physiques Appuie des statistiques sur le nombre de variables et l'influence des variables
Capedri et Venturelli 2005	laves, trachytes	X	X				X				X								Retrouve la provenance des sources possibles des pierres de construction en utilisant une combinaison d'analyses La susceptibilité magnétique seule ne peut pas discriminer les pierres de constructions, par contre la géochimie seule est d'appoint
Capedri et al. 2003	Trachytes	X	X			X													Méthode magnétique destructive, destructrice pour la pétro-physique Combinaison de analyses pétro-physiques efficace pour retrouver la provenance des sources du pavage des routes romaines
Capedri et al. 2004	Marbres	X	X		X				X										Opposition des aspects des analyses pétrographiques et géochimiques Caractérisation des matériaux accessoires pour discriminer les sources d'origine des marbres car isotopes stables ne sont suffisantes pour l'identification de la provenance
Carta et al. 2005	Conglomérat, calcaire, granite, calcaire, ignimbrite, marbre, travertin	X			X	X													Descripteur complexe des successions mais pas de quantification Caractérisation complète mais peu pétro-physique et physico-mécanique des pierres d'un monument Beaucoup de roches étudiées, point de départ pour l'étude des autres monuments de cette région
Cruddie et al. 2006	Grès, Calcaires					X								X					Étude pas si complète que ça, un seul monument, pas trop de données quantitatives Étude de la durabilité des roches grâce aux propriétés physiques et mécaniques et XRF
Colao et al. 2010	Calcaire et marbre	X				X											X		Méthodes combinées sont efficaces pour collecter rapidement des analyses possédant des informations valables LIBS utile, rapide, efficace comme technique d'identification des carrières de constructions Robuste, peu de coût et de temps d'analyse, pas de préparation longue d'échantillons mais savoir faire important pour le LIBS
Dejryse et al. 2003	Calcaires	X	X					X										X	Étude des microfaunes des roches sédimentaires en Turquie pour retrouver leur provenance Pas de quantification, 1 seule méthode employée, et la provenance n'est pas réellement établie
Dreesen et Duser 2004	Tufs, basaltes, grès, calcaires, marbres	X	X																Trouver un outil pour l'identification des pierres industrielles à usage de professionnels et non professionnels et étude de la durabilité de la pierre Tous les types de pierres sont discriminés mais avec une seule analyse pétro-physique
Fort et al. 2010	Granite, leucogranite, gneiss	X	X									X	X	X					Combinaison de méthodes, développement d'une approche pour déterminer les carrières d'origine des pierres de construction, pas de travail sur les analyses pétrographiques Méthodes pas chères, faciles d'utilisation, non destructives
Fronteau et al. 1999	Calcaires	X	X	X										X					Altération en œuvre du calcaire, détermination de comportements des matériaux en caractérisant le calcaire lui-même pas de quantification réelle
Fronteau et al. 2010	Calcaire du Lutétien	X	X											X					Étude du comportement du calcaire – analyse de la roche Caractérisation de la variabilité des roches, lien avec la patrimonialité de la roche
Galan et al. 1999	Grès et calcaires	X			X		X	X	X	X		X	X	X	X		X		Utilisation de la caractérisation des pierres de constructions pour une étude plus géologique sur le Lutétien Présentation d'une méthodologie pour retrouver la localisation des carrières d'origine des pierres de constructions de monuments, et l'effet de la radiocologie avec un cas d'étude
García-Talegón et al. 1999	Granites							X										X	Pas tous les éléments en ligne, présente utilisation d'une autre méthode statistique Hi-Biplot basée sur le même critère d'interprétation que l'ACP, mais moins utilisée
Giozzo et al. 2011	Tuiles et Briques	X	X		X	X	X											X	Pas de données et données de traces Méthodologie simple, peu chère et valable dans tous les types de pierres
Götze 2009	Granites, grès	X	X	X															Étude des tuiles et briques pour retracer les marchés d'échange Contraintes pétro-physiques et XRF pour les tuiles (confirmer par les statistiques)
Götze et Siedel 2004 et 2007	Grès	X	X	X	X														Méthodologie de caractérisation des pierres de constructions : combinaison cathodoluminescence et Raman Raman DIC sur une même zone d'une même lame mince, préparation d'une seule lame par échantillon mais il faut avoir une préparation rigoureuse (bonne transparence, polissage parfait...)
Grafius 1999	Obsidiennes							X											Il est bon de connaître les limites des méthodes Combinaison Micro, Miro, Lichelle, Analyse d'images, MEB, permettent de permettre pour la caractérisation des grès
Hyslop et Albornoz-Perra 2009	Grès	X	X																Cathodoluminescence est plus efficace pour les grès riches en quartz, pas de hiérarchisation des méthodes (toutes sont utilisées en même temps), une seule type de pierres étudié. Proposition d'un schéma analytique illustrant procédure d'investigation des grès
Karrer 2001	Roches volcaniques										X								Retrouve la provenance des pierres de constructions pour retracer les routes d'échange 1 seule méthode de caractérisation, non destructive et peu coûteuse d'interprétation au XRF
Kastenmeier et al. 2010	Laves, tufs, travertins, calcaires	X	X		X	X	X			X									Stratégie restauratrice des pierres doit prendre en compte les différences pétrographiques, Proposition de bases de données des pierres de constructions, des carrières pour la restauration 1 seule méthode, 1 seul type de pierre
Lazzarini et al. 2007	Volcaniques Quarts-arsénite	X	X		X		X								X				Méthode XRF efficace et utile pour retrouver l'âge de l'échantillon volcanique pour caractériser la source des roches Méthode plus chère, longue et destructrice mais très précise, 1 seul type de pierre et 1 seul type de rocher
Littitz et al. 2006	Calcaires, grès, granites	X	X	X			X	X								X	X		localisation des carrières produites par les matériaux de constructions de Pompéi Plus méthodes utilisées sur plusieurs types de pierres, pas tous les éléments traces, pas de quantification de la pétro-physique
Moropoulou et Polikreti 2009	Marbres	X	X		X									X				X	Identification du problème de conservation de la pierre de la porte "Red Agave" Pas de quantification de la pétro-physique, méthode chimique pour la détermination des pierres de constructions
Moropoulou et al. 2003	Basalte, Andésite	X	X		X	X	X							X					Combinaison efficace pour retrouver la provenance des pierres utilisées en constructions, Création d'une base de données de données de travail 3 types d'échantillons, certaines techniques trop avancées, pas simple d'interprétation, statistiques uniquement sur la géochimie
Prieto et al. 2010	Granites																	ANOVA	Problème de la limite des pierres sur les grès (variabilité) Utilisation de la PCA pertinente pour la conservation des monuments
Ragland et al. 1997	6 lithologies différentes																	X	Intégration des données qualitatives dans les statistiques en les codant (1, 0, 0, 0) dans le tableau pas de CAH, nombre de variables + nombre d'échantillons, méthode simple, illustrative et avec des diagrammes compréhensibles
Rosenbaum et al. 2008	Calcaires	X	X		X		X												Caractérisation des matériaux de constructions et conservation (durabilité) Pas de données quantitatives et pas de tests avec des pierres restaurées
Siegersmund et al. 2010	Marbre	X				X				X		X		X					Procédure analytique pour la détermination de la couleur (spectrophotométrie et colorimétrie) – statistiques est efficace pour caractériser la couleur de granites dont la surface est hétérogène
Stadna et al. 2009 et 2011	Marbres	X	X	X			X			X			X						Tests de signification de granites avec un panel de granites, l'absence de tests statistiques (Pearson), granites non homogènes utilisation de l'analyse statistique – pétro-physique, PCA est la première étape exploratoire pour un jeu de données d'analyse chimique
Szczepanik et al. 2008	Grès, marbres	X	X	X			X	X		X									Les statistiques sont utiles pour caractériser un jeu de données mais ne peut pas être utilisée seule Comparaison avec l'analyse factorielle discriminante et PCA est plus adaptée en pétrologie
Thomachot-Schneider et al. 2011	Calcaires	X	X		X	X	X												Approche centrée pour aider à la restauration de la conservation des pierres de constructions sur les monuments historiques Différences de composition entre les différents groupes de substances
Tricari et al. 2006	Volcaniques	X	X		X	X	X												Combinaison des méthodes pour évaluer la provenance et l'état de conservation (étude des routes d'échange) Pour la provenance, utilisation de la pétrographie (composition) et de la géochimie (isotopes stables et XRF)
Török et Prioryl 2010	????	X	X																Pour l'état de conservation, utilisation des propriétés de pétro-physiques Méthodologie pour retrouver la provenance des marbres liés des carrières en Turquie basée sur une combinaison des méthodes
Valdeon et al. 1996	Calcaires, grès	X	X											X					Combinaison + légende efficace et discriminatoire pour retrouver l'origine des pierres (grès, calcaire, isotopes stables) Série d'étape – microscopie et pétrologie 1e étape – Cathodoluminescence et les isotopes stables en complément

Tableau 1 : Synthèse bibliographique des méthodes utilisées pour la caractérisation de pierres de constructions.

6. *Création de bases de données*

Le terme de **base de données** est utilisé pour désigner toute source importante de données. C'est une entité dans laquelle il est possible de stocker et regrouper des données de façon structurée, avec le moins de redondance possible, de sorte à pouvoir facilement manipuler le contenu et stocker efficacement de très grandes quantités d'informations.

En Irlande du Nord, l'Université Queen de Belfast en collaboration avec Consarc Design Group (section Conservation ; services professionnels offrant des conseils dans les principales disciplines de l'architecture et de la conservation des bâtiments historiques) développent et mettent en ligne une base de données sur les pierres (www.stonedatabase.com). Cette base de données documente plus de 2000 bâtiments et monuments et 117 carrières actives ou inactives (Hyslop et al., 2010).

En Angleterre, le British Geological Survey (BGS) possède plusieurs bases de données sur les matériaux de construction. Certaines incluent des données recueillies il y a 150 ans et tout au long de la seconde moitié du 19^e siècle lorsque l'exploitation des carrières de pierres de construction au Royaume-Uni était au sommet (Hyslop et al., 2010). L'objectif à long terme est de rassembler les données en une seule ressource à la disposition du public. La plupart des données sont actuellement en format numérique et reliées à un Système d'Information Géographique (SIG) permettant la récupération facile des informations (Hyslop et al., 2010). Les bases de données principales des pierres de construction du BGS sont :

- BRITPITS répertorie les données sur les mines et les carrières au Royaume-Uni, elle comprend des données sur les carrières de surface et souterraines, y compris les sites connus actifs et inactifs (récemment et historiquement). Au total, BRITPITS contient plus de 17 000 entrées. Beaucoup de pierres de construction historiquement importantes ne sont plus produites à l'heure actuelle et trouver une pierre de remplacement pour la rénovation des bâtiments peut être problématique. BRITPITS est un outil disponible pour identifier à la fois la provenance probable d'une pierre de construction et la pierre de remplacement la plus appropriée exploitée dans une carrière actuellement active (Hyslop et al., 2010).
- la base de données des carrières de pierres de construction écossaise, commencée à la fin des années 1990, est actuellement en cours de validation dans un SIG avec l'aide du Technical Conservation Group of Historic Scotland (Hyslop et al., 2010). Elle a été

créée pour permettre au BGS de répondre aux questions concernant la disponibilité des pierres de construction et elle contient 16 500 dossiers. En plus des données concernant les mines et carrières, cette base de données contient également des informations sur les usages de la pierre faisant un lien entre carrières, pierres et bâtiments. Il est prévu que ces données soient transférées vers BRITPITS afin de permettre un accès plus facile à l'information (Hyslop et al., 2010).

- le répertoire des mines et carrières est une compilation des 2 500 lieux d'exploitations de minerais actifs au Royaume-Uni, incluant l'Irlande du Nord, l'Île de Man et les îles Anglo-Normandes (Cameron et al., 2008). Toutes les informations sont accessibles sur le site internet : <http://www.bgs.ac.uk/mineralsuk> (Hyslop et al., 2010).

Un autre exemple de conception de base de données peut être décrit grâce à l'étude de Kampfova et Prikryl (2006) sur les pierres de construction tchèques. En effet, le principal groupe de cette base de données possède 77 articles fournissant des données sur les propriétés des pierres telles que la composition minéralogique, les paramètres physiques, la localisation des carrières, les données d'exploitation et les utilisations historiques. Des données indépendantes existent pour les données chimiques. Cette base de données peut être utilisée par des utilisateurs multiples (géologues, restaurateurs, architectes). C'est une base de données scientifique utile pour les études de provenance des pierres.

En France, de nombreux instituts proposent des bases de données sur les pierres de construction, par exemple :

- l'Institut Supérieur de Recherche et de Formation aux métiers de la pierre a créé une lithothèque regroupant plus de 600 échantillons de pierres de construction et d'ornementation françaises et étrangères. Cette lithothèque est accessible en ligne dans « Mémoires de Pierres » (obligation d'inscription pour y accéder). Cette base de données est à disposition des stagiaires en formation à l'Institut mais aussi au service de tous les architectes, prescripteurs et acheteurs de pierres. Chaque échantillon est accompagné d'une fiche détaillée comprenant ses caractéristiques techniques, ses conditions d'utilisation, sa provenance, ses références de construction. Cette base de données contient des carrières, des professionnels de la pierre, des techniques de façonnage, des monuments et références architecturales.

- le Bureau de Recherches Géologiques et Minières (BRGM) a développé une base de données nationale des pierres et carrières des monuments historiques de la France Métropolitaine et de la Réunion, intitulée, « Monumat » (<http://monumat.brgm.fr/>). Cette base de données a été réalisée en collaboration avec le Laboratoire de Recherche des Monuments Historiques (LRMH) du Ministère de la Culture, en 2005, afin de faciliter l'accès à la connaissance sur les pierres de construction et à la documentation sur les carrières. Cette base rassemble des données sur 3 600 monuments, 2 600 carrières et 7 000 pierres. Des actions régionales d'inventaire viennent régulièrement l'enrichir.
- le CTMNC propose une base de données, « Lithoscope », (<http://ctmnc1.ecritel.net:8080/cindocwebjsp/>) afin de recenser l'ensemble des roches de construction et ornementales extraites aujourd'hui en France. Un recensement méthodique des carrières en activité en France a été effectué en préambule à la constitution de la base de données. Près de 460 carrières représentant la variété et la richesse des matériaux de construction en France ont ainsi pu être répertoriées. Chaque fiche réunit les données descriptives (dénomination, aspects, nature, âge, couleur, ...), les utilisations possibles du matériau, les caractéristiques physiques et techniques (porosité, résistance à la flexion) de chaque pierre ainsi que quelques photos. Le recensement ayant débuté en 2009, la base est régulièrement enrichie de nouvelles pierres.
- Plus localement, Lamotte (2004) recense toutes les études réalisées ou en cours concernant la pierre de construction en Bourgogne (péetrographie, mise en œuvre, extraction...) dans une base de données.

Plus international, Cooper (2010) propose le « Global Heritage Stone Ressource » (GHSR) qui vise à créer une catégorie reconnue internationalement des ressources naturelles en pierre, des chefs d'œuvre artistiques et architecturaux, et du patrimoine historique. Cette désignation GHSR officialise de nombreux aspects essentiellement géologiques des pierres de construction y compris, la source et l'étendue des ressources, les propriétés physiques et chimiques, les questions relatives à l'extraction, et en plus le patrimoine relatif à l'utilisation ultérieure. Il y a aussi la possibilité de formaliser des termes et des définitions techniques mais essentiellement géologiques qui sont actuellement limitées dans leur utilisation pour l'industrie de la pierre (Cooper, 2010).

Grâce à l'établissement de base de données, la caractérisation des pierres de construction est donc accessible aux constructeurs, architectes, et autres professionnels dans un format accessible et facilement compréhensible, afin de fournir des informations sur le processus de prise de décision pour le choix des pierres de construction, d'entretien ou de remplacement. La nécessité de faire vivre et d'améliorer les bases de données est en outre alimentée à la fois par la sensibilisation aux problèmes de conservation au sein de la profession et par une législation et des contrôles plus stricts (Hyslop et al., 2010).

Notre stratégie :

Les pierres de construction sont l'objet de fortes concurrences internationales, peuvent être l'objet de contrefaçons, et sont parfois vendues sous divers noms commerciaux qui sont souvent trompeurs quant à leurs vraies propriétés intrinsèques physiques et chimiques. Donc ce contexte, nous proposons d'établir un protocole analytique quantitatif qui permette d'associer à une pierre de construction française une « carte d'identité » ou un « label », afin de pouvoir en vérifier et en certifier la provenance géographique et ainsi pouvoir en garantir les qualités et les propriétés.

Les objets d'étude ciblés par le CTMNC sont les pierres de construction de type granitique (le « gris » du Tarn, le « rose » de La Clarté, le granit « gris-bleu » de Louvigné, et le « bleu » de Lanhélin) et sédimentaire (le calcaire de Comblanchien).

La stratégie d'échantillonnage a d'abord été d'effectuer un échantillonnage exhaustif de toutes les carrières actuellement actives dans ces cinq régions d'étude. Dans une carrière, la plupart des paliers ont été échantillonnés directement sur le front de taille et lorsque cela n'était pas possible, l'ensemble de l'échantillonnage a été complété par des plaques usinées fournies par les carriers. Dépendant de la taille de la carrière et de son accessibilité, de deux à treize échantillons ont été extraits de une à cinq carrières (= « populations de référence »). Ces carrières sont nos « laboratoires naturels ». Afin de tester notre protocole d'identification et de retrouver la provenance de pierres, huit échantillons d'origine inconnue mais supposée (blocs erratiques, non issus directement du front de taille, ou issus de chantiers...) ont été traités (= « échantillons erratiques »). Enfin, afin de discriminer des pierres de construction de faciès similaires, neuf échantillons d'origine étrangère reconnus comme étant leurs pierres équivalentes aux faciès similaires acquises par le CTMNC ont été analysés (= « analogues commerciaux étrangers »).

En collectant plusieurs échantillons à différentes échelles spatiales (au sein d'une même carrière, de plusieurs carrières au sein d'un même massif, de plusieurs massifs au sein de la même province et entre deux provinces), nous espérons pouvoir caractériser de façon optimale les pierres de construction françaises entre les niveaux d'une même carrière, entre plusieurs carrières d'une même intrusion, entre deux intrusions d'un même batholite et entre deux batholites.

Notre stratégie (suite):

La stratégie d'analyse a été effectuée en routine et en fonction de l'état de l'art des méthodes, de sorte que la procédure puisse être répétée assez facilement. Il a été choisi d'effectuer les analyses suivantes² pour chaque type de pierre de construction. Les détails de tous les résultats sont présentés dans les Annexes AI, AII, AIII et AIV.

- les pierres de construction de type granitique

Les échantillons étudiés ont été photographiés individuellement et pétrographiquement décrits au microscope. *L'analyse pétrographique (macroscopie, microscopie optique polarisante, comptage de points sur lames minces, coloration artificielle de lames minces), l'analyse chimique élémentaire et isotopique (ICP-AES, ICP-MS et spectromètre de masse) ainsi que la caractérisation des propriétés magnétiques (aimantation rémanente naturelle, susceptibilité et son anisotropie, et aimantation rémanente isotherme) ont été réalisées sur tous les échantillons.*

Pour comparaison, sept échantillons de provenances étrangères (Portugal, Espagne et Chine) et six échantillons dont l'origine est incertaine ont été analysés.

- les pierres de construction de types sédimentaire de nature carbonatée

Les échantillons étudiés ont été photographiés individuellement, et pétrographiquement décrits à la fois en échelle macroscopique et microscopique sous la loupe binoculaire et au microscope. *L'analyse pétrographique (macroscopie, microscopie optique polarisante, comptage de points sur lames minces) ainsi que la caractérisation des isotopes stables (spectromètre de masse) ont été réalisées sur tous les échantillons. Huit échantillons ont été sélectionnés pour l'analyse chimique et la géochimie isotopique (ICP-AES, ICP-MS et spectromètre de masse) en Néodyme (Nd).*

Pour comparaison, un échantillon provenant du Portugal a été analysé ; de la même manière, trois échantillons dont l'origine est incertaine ont été traités.

L'échantillonnage et les analyses effectuées permettront potentiellement l'établissement de fiches d'identités (« carte d'identité, AOC », « Label ») des pierres de construction françaises étudiées.

Ces fiches d'identités seront les premiers éléments pour constituer une base de données de caractérisation des pierres naturelles de construction françaises de type granitique et de type sédimentaire (carbonaté). Cette base de données pourra potentiellement être couplée à la lithothèque du CTMNC (propriétés pétro-physiques) regroupant ainsi toutes les caractéristiques de l'ensemble des roches de construction et ornementales extraites aujourd'hui en France. Les fiches d'identité, exhaustives et compilant toutes les analyses minéralogiques, chimiques et/ou magnétiques (en fonction de la nature de la pierre de construction), permettront hypothétiquement de répondre à trois principales questions : (1) comment discuter la précision de la provenance (échelles échantillon, carrière, intrusion, province) ?, (2) comment certifier la provenance d'une pierre naturelle ?, et (3) comment distinguer les pierres équivalentes étrangères analogues commercialement concurrentes aux pierres françaises ?

² Procédures analytiques présentées dans les Annexes

Notre stratégie (fin):

Pour se faire, cela passe par un double traitement des données : (1) un traitement « manuel » de comparaisons des gammes de variation de chaque variable prédéfinie et (2) un traitement statistique suivant une procédure semi-automatique de comparaisons des mêmes variables prédéfinies.

Dans le traitement (1), nous recherchons des potentiels « traceurs » discriminants. Un bon « traceur » est un paramètre facile à mettre en œuvre (technicité et savoir faire limité, temps et coût d'analyse raisonnables), objectif (sans perturbation de l'opérateur), indépendant, reproductible mais surtout discriminant (où la gamme de variation est la plus faible afin de n'avoir aucun recouvrement de gamme entre deux échantillons à comparer). Cette recherche de « traceurs » se traduit par la détermination du comportement de chaque variable lors de n'importe quelle comparaison. Il est évident que lors de toute comparaison, mais surtout pour des comparaisons entre deux groupes d'échantillons, on s'attend à ce que chaque variable quantitative se comporte suivant l'un des trois cas possibles de base (Fig. 10). Certaines de ces variables seront entièrement discriminatives puisque leurs gammes de variations ne se chevauchent pas (Cas A, Fig. 10). Elles peuvent donc être considérées comme des « traceurs » discriminants pour différencier les pierres de construction. Pour d'autres, qui ne seront que partiellement discriminatives, les gammes de variations se recoupent en partie (Cas B, Fig. 10). La pertinence de ces variables comme « traceurs » concernent uniquement les échantillons possédant des valeurs extrêmes en dehors des gammes de variations en recouvrement. Dans le dernier cas, le recouvrement des gammes de variations empêche l'utilisation de ces variables pour différencier les pierres de construction (Cas C, Fig. 10). En revanche, ces variables sont essentielles afin d'établir des similitudes entre les pierres de construction et pour tenter de retrouver précisément la provenance d'une pierre.

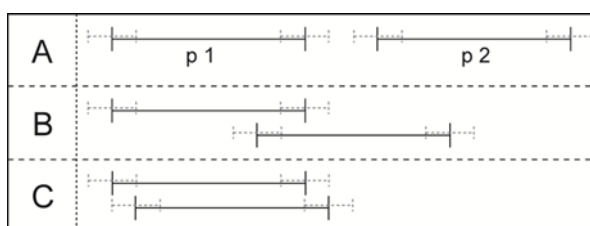


Fig. 10 : Schéma illustrant les comportements théoriques attendus de toutes les variables quantitatives présentées dans cette étude lors de comparaisons des gammes de variations de chaque variable (traits noirs) caractérisant deux populations de référence (p1 et p2). Les tirets gris représentent les barres d'erreur associées à chaque valeur de variable représentative d'un échantillon (incertitudes analytiques et variabilité intrinsèque à l'échelle d'un échantillon). (A) variable discriminative, (B) variable en partie discriminative et (C) variable non discriminative (en recouvrement). Selon les cas de comparaison, une population d'échantillons peut être comparée à une autre population (Louvigné versus Lanhélin, *Chapitre 3*) ou à un unique échantillon (e.g. Tarn versus échantillon 603, *Chapitre 1* ou La Clarté versus échantillon SAG4, *Chapitre 2*).

Dans le traitement (2), nous recherchons à vérifier les hypothèses de similarité et de dissimilarité entre les pierres en mettant en évidence les variables les plus discriminantes dans chaque cas de comparaisons en utilisant l'analyse statistique (ACP, CAH et AFD).

*Contextes
géologiques
et d'exploitation*

Contextes géologiques et d'exploitation

SOMMAIRE

1. Le massif du Sidobre : le granit gris « SilverStar » du Tarn (T).....	55
2. Le massif de Ploumanac'h : le granit rose de La Clarté (Lc).....	57
3. Le batholite mancellien : les granits gris-bleu de Louvigné (Lv) et bleu de Lanhélin (Lh).....	60
4. Le calcaire de Comblanchien (Cbl).....	62
5. Les pierres étrangères.....	65
5.1. Le batholite Los Pedroches : le granit gris de Quintana en Espagne (QE).....	65
5.2. La vallée de Douro, région de Peñafiel, au Portugal : les granits gris (A) et (B).....	67
5.3. La Province Fujian en Chine : le granit bleu (654) et le granit gris (603).....	68
5.4. Les plutons de Zarza et de Montanchez (région d'Estrémadure) en Espagne : le granit bleu « Azul Extremadura » (SP1).....	70
5.5. La région de Vigo en Galice, Espagne : le granit rose de Porriño (POR).....	71
5.6. Le Bassin Lusitanien au Portugal: le calcaire Vidraço ATaija Crème (VATC).....	73

Il s'agit ici de présenter succinctement le contexte géologique et d'exploitation de chacune des pierres de construction étudiées. Cette présentation synthétise les caractéristiques principales et générales des intrusions géologiques ou des formations sédimentaires d'où proviennent nos échantillons.

Cette présentation concerne quatre roches granitiques et une roche sédimentaire de provenance française. Ces pierres, représentées par la suite par nos populations de référence d'échantillons, exemples de caractérisation des pierres de construction.

Ces pierres françaises sont concurrencées par des pierres étrangères équivalentes commercialement (au niveau du faciès). Dans notre démarche, ces pierres vont être comparées aux pierres françaises de référence. Il s'agit donc ici de localiser au mieux la provenance des pierres étrangères. En effet, la provenance exacte des échantillons utilisés est souvent peu précise.

1. Le massif du Sidobre : le granit gris « SilverStar » du Tarn (T)

Le massif du Sidobre forme les premiers reliefs de la Montagne Noire au Nord-est de Castres (Tarn ; Fig. 11) atteignant une altitude de 750 m. En pente moyenne vers le S-O, sa partie méridionale n'est qu'à 300 m d'altitude. C'est dans ce secteur que les carrières sont les plus nombreuses. Le massif du Sidobre constitue une intrusion granitique qui est en forme d'ellipse de 16 km sur 8 km dont le grand axe est orienté NE-SO (Thiébaud, 1953 ; Didier, 1964).

Didier (1964) distingue deux types principaux de granitoïdes dans le Sidobre (Fig. 11) : un « granite » bleu de composition granodioritique au centre et un « granite » clair, monzogranitique à la périphérie. Isnard (1982) subdivise les deux granitoïdes reconnus par Didier (1964) à partir des caractères macroscopiques, pétrographiques (minéralogie et texture) et géochimiques des roches : (1) parmi les granodiorites non ou peu porphyriques du centre, il distingue un faciès bleu, un faciès gris bleu et un faciès gris, et (2) parmi les monzogranites périphériques, qui sont souvent porphyriques, un faciès blanc, un faciès bleu et un faciès à deux micas (granite de Ferrières). Didier (1964 ; 1973) caractérise trois types d'enclaves en inclusions dans ces granitoïdes : des enclaves de cornéennes ; des enclaves surmicacées et des enclaves de microdiorite quartzique.

Ce massif est intrusif dans les terrains cambriens. Les formations encaissantes, constituées essentiellement de séries schisto-gréseuses mais renfermant aussi quelques niveaux carbonatés, ont été affectées par plusieurs déformations et un métamorphisme régional de faible intensité d'âge hercynien (Borrel, 1978). L'intrusion du Sidobre développe dans ces terrains encaissants une auréole de métamorphisme de contact assez étroite dans le faciès des cornéennes à hornblende (Acuana-Sorriaux, 1981).

Vialette (1965) a obtenu des âges Rb-Sr, isochrones biotites-roches totales, à environ 298 Ma pour la granodiorite bleue et à environ 304 Ma pour le monzogranite clair. Une datation plus récente confirme cet âge Paléozoïque. En effet, Hamet (1975) obtient une isochrone Rb-Sr sur roches totales à 285 ± 13 Ma pour la granodiorite bleue, suggérant une cristallisation et une mise en place tardi-hercynienne des granitoïdes.

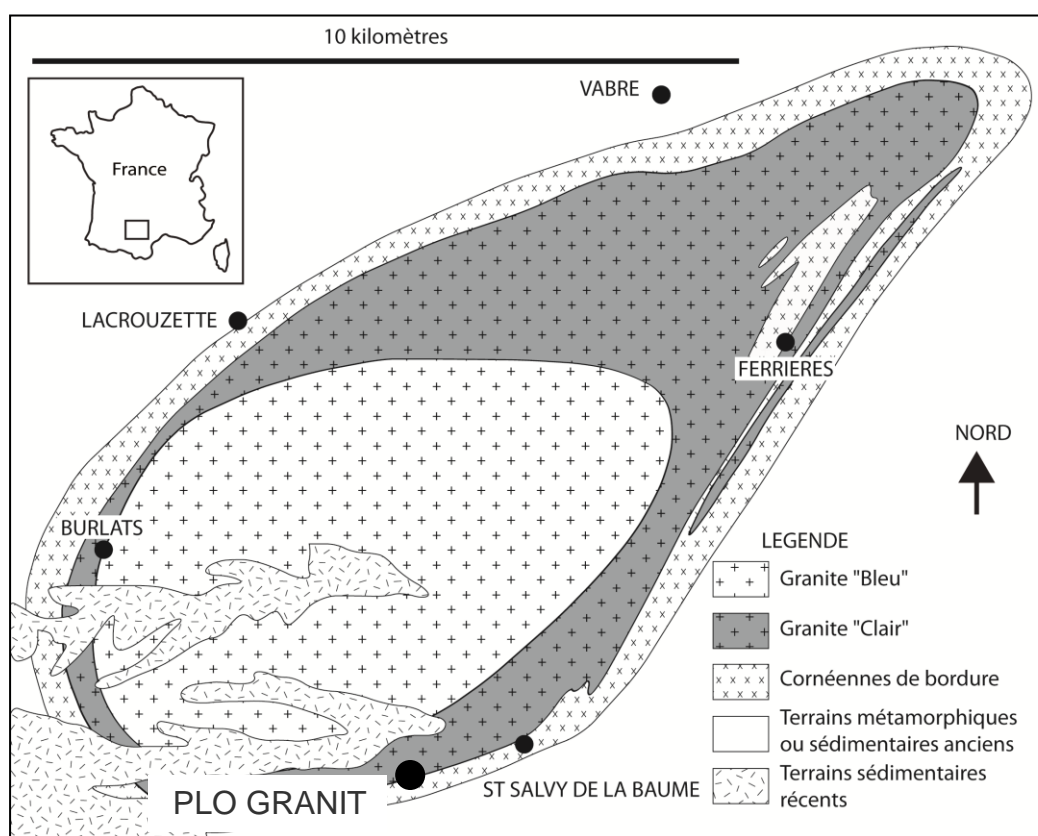


Fig. 11 : Carte géologique schématique du Massif du Sidobre (modifiée d'après Didier, 1964).

Isnard et Leymarie (1964) observent que trois systèmes de diaclases affectent le granite et sont à l'origine de son altération. Cette altération aboutit à la formation classique, dans un matériau globalement isotrope, de boules granitiques à l'origine des paysages de chaos particulièrement spectaculaires dans le Sidobre.

Améglio et al. (1994) proposent que l'existence de failles normales N120 soient à l'origine de l'alimentation en magmas, mis en place sous la forme de sills. La forme globale de l'intrusion est d'ailleurs celle de sills d'épaisseur de 2 à 3 km. Darrozes et al. (1994) suggèrent que cette géométrie pourrait caractériser le style d'un corps granitique mis en place dans un régime régional en extension. D'après Cassard et al. (1993), la forme de l'intrusion du Sidobre s'intègre bien dans le schéma cinématique d'une extension fini-hercynienne NNE-SSW dans le Sud du Massif Central.

La pierre de construction, le granit gris « SilverStar » (Fig. 12), correspond à un faciès clair non porphyrique et est exploitée par de nombreuses carrières. La carrière PLO granit est la cible de notre étude (Fig. 11).



Fig.12 : Faciès commercial de la pierre de construction SilverStar du Tarn.

2. Le massif de Ploumanac'h : le granit rose de La Clarté (Lc)

Situé dans le nord du Massif armoricain, le complexe intrusif de Ploumanac'h fait partie d'un alignement, d'orientation O-SO, de granites rouges tardi-hercyniens (parmi lesquels L'Aber-Ildut, Ploumanac'h, Flamanville ; Fig. 13A). Les roches granitiques de ces intrusions possèdent un caractère ferro-potassique qui est une singularité dans le Massif Armoricain (Charreteur, 2006 ; Capdevila, 2010).

Les intrusions qui forment l'alignement semblent avoir le même âge, même si la contemporanéité de tous les massifs composant l'alignement n'est pas encore véritablement démontrée. Le granite porphyroïde rose de Guissény, satellite du granite de l'Aber-Ildut, est daté par U-Pb sur zircons à $301,4 \pm 4,3$ Ma (Marcoux et al., 2009). Cet âge est interprété comme celui de la cristallisation du magma. Les granites de la Baie de Morlaix, intrusifs dans les gabbros de l'intrusion de St-Jean-Du-Doigt, ont également livré un âge vers 300 Ma (isochrone Rb/Sr ; Chantaine et al., 1986). Le massif de Ploumanac'h est aussi daté vers 300 Ma (isochrone Rb-Sr, Barrière, 1977 ; 303 ± 15 Ma, Vidal, 1980). Des âges de refroidissement, Ar/Ar sur biotites, vers 300-302 Ma, sont également disponibles (Dondin, 2004) et cohérents avec les âges précédents. L'ensemble de ces âges situe la cristallisation et la mise en place de l'alignement vers 300 Ma à la fin du Carbonifère (Barrière, 1977).

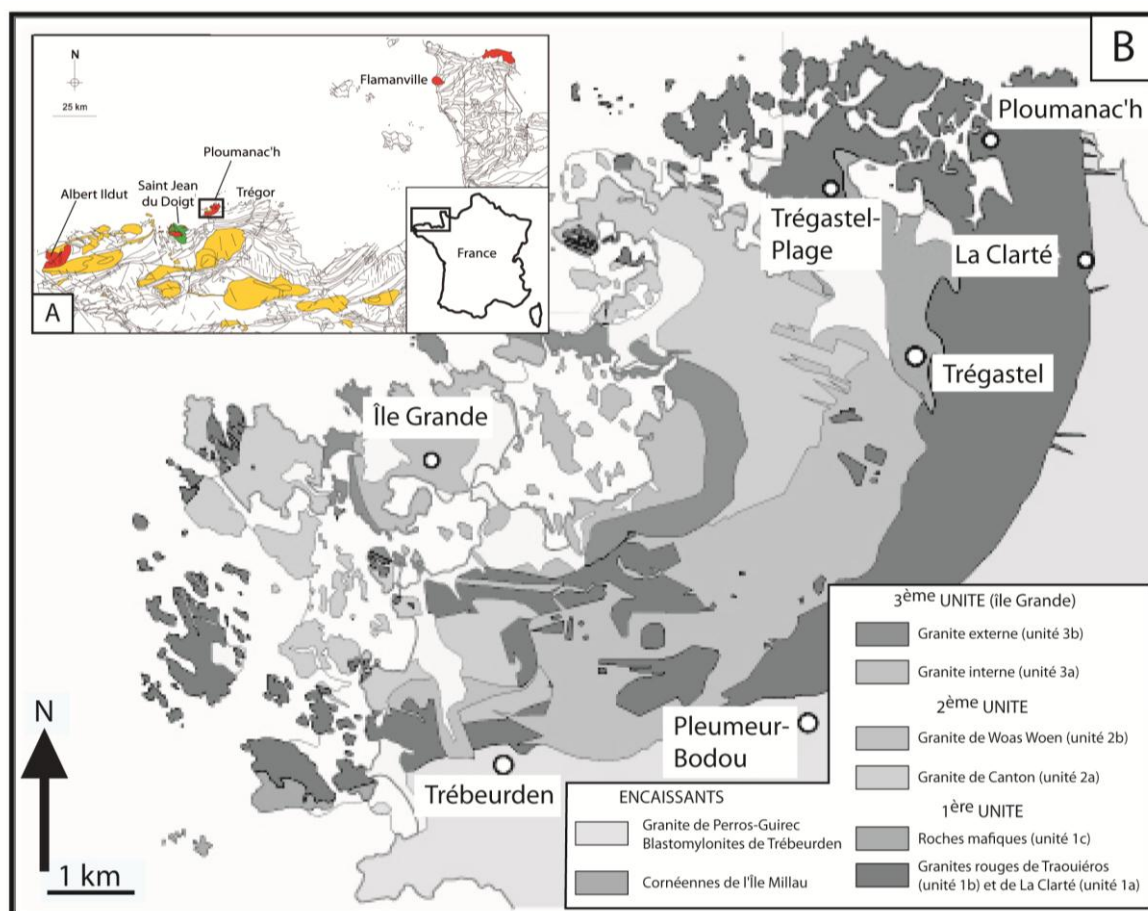


Fig. 13 : (A) Carte des intrusions dévono-carbonifères au nord du massif Armoricain. En rouge : granites rouges (~ 300 Ma ; cf texte) ; en vert : massif gabbroïque de St-Jean-du-Doigt (~ 350 Ma ; Barboni et al, 2011) ; en jaune : autres granites. L'encadré noir correspond à l'intrusion de Ploumanac'h. Extrait de la carte géologique de France au 1 000 000e, BRGM (B) Carte géologique de l'intrusion de Ploumanac'h modifiée d'après Barrière (1977). Les carrières explorées se situent sur la commune de La Clarté. Le faciès de transition entre les deux granites à gros grains de La Clarté et de Traouïéros, appartenant à l'unité géologique 1, n'est pas représenté sur la carte.

Ces massifs se mettent donc en place après les phases majeures de compressions Varisques dans le Massif Armoricain (Barrière, 1977). Le contexte géodynamique de mise en place du granite de l'Aber Ildut est mal contraint, mais coïncide avec l'épisode d'extension carbonifère enregistré en Bretagne méridionale (Marcoux et al., 2009).

Le massif de Ploumanac'h forme la pointe Nord-Ouest du Trégor (Côtes-du-Nord ; Fig. 13A et 13B). Il couvre une superficie d'environ trente-cinq km². C'est une intrusion composite, regroupant de nombreux types pétrographiques (depuis des gabbroïtes jusqu'à des granites ; Fig. 13B). Il s'est mis en place dans des gneiss et des granitoïdes, ainsi que dans des séries sédimentaires d'âge inconnu (Barrière, 1975 ; 1977). Les granitoïdes sont rattachés au batholite cadomien nord Trégorois. L'encaissant sédimentaire présente un métamorphisme de contact caractérisé par une paragenèse quartz, feldspaths alcalins, biotite, cordiérite,

sillimanite et/ou andalousite et parfois grenat (Barrière, 1975 ; 1977). Barrière (1975) déduit de cet assemblage une pression voisine de 3 kbar et une température d'environ 650°C au contact lors de la mise en place du magma. L'intrusion se met en place dans la croûte supérieure fragile.

Le massif de Ploumanac'h est constitué de plusieurs roches intrusives, principalement granitiques, appartenant à trois générations distinctes. Chaque venue granitique est accompagnée de son cortège aplito-pegmatitique. L'architecture du complexe de Ploumanac'h résulte de l'emboîtement successif de trois groupes d'intrusions (Barrière et Chauris, 1971 ; Barrière, 1975, 1977 ; Fig. 13B) :

- Le premier groupe d'intrusions est constitué par trois unités : (1) un syénogranite à biotite et hornblende souvent appelé granite de La Clarté (unité 1a). Il est à gros grains (centimétriques) d'orthose qui lui donne sa couleur rose. (2) Un monzogranite à biotite et hornblende dit granite de Traouiéros (unité 1b), prophyroïde et rose, et (3) un ensemble de roches mafiques et intermédiaires allant de gabbonorites à des granodiorites (unité 1c) ;
- Le deuxième groupe est composé de granites à grains fins (millimétriques). Il est en position intermédiaire dans le massif de Ploumanac'h, et se compose du monzogranite à biotite de Canton (unité 2a), gris rosé à violacé et à phénocristaux de feldspath alcalin, et du monzogranite à biotite de Woas Woen (unité 2b), rosé à violacé à muscovite ;
- Le troisième groupe occupant le cœur du massif comprend un monzogranite à biotite de l'île Grande interne (unité 3a) à grain fin et de couleur claire, et un leucogranite à biotite et muscovite de l'île Grande externe (unité 3b), présente des enclaves surmicacées et des amas de micas.

Seule l'unité 1a du premier groupe intrusif va nous intéresser puisqu'elle renferme la pierre de construction de notre étude : le granit rose de La Clarté (Fig. 14). Cette pierre est actuellement exploitée par 5 entreprises. D'autres exploitations existaient auparavant sur l'ensemble du massif de Ploumanac'h. Elles extrayaient plusieurs variétés de granits de construction issus des différentes unités géologiques : le granite clair de type Canton, le granite externe de l'Île Grande, le granite interne de l'Île Grande (Fig. 2 ; <http://sgmb.univ-rennes1.fr/DOSSIERS/patrimoine/PLOUMfeuille.htm>). Toutes les exploitations du district de l'Île-Grande étaient réputées pour avoir fourni outre des matériaux de construction,

essentiellement des matériaux de voirie : bordures de trottoir et surtout une quantité impressionnante de pavés parmi lesquels les fameux "pavés du Nord".



Fig. 14 : Faciès commercial de la pierre de construction La Clarté.

3. Le batholite mancellien : les granits gris-bleu de Louvigné (Lv) et bleu de Lanhélin (Lh)

Dans le nord de la Bretagne, les intrusions de Lv et de Lh appartiennent au batholite mancellien, un groupe d'intrusions d'âge précambrien terminal à Paléozoïque inférieur. Il s'étend sur environ 150 km de l'ouest à l'est et sur 90 km du nord au sud (Fig. 15).

Le batholite mancellien est principalement constitué de roches granitiques intrusives dans des sédiments briovériens (Néoprotérozoïques) sur lesquels reposent des sédiments paléozoïques discordants (Berthois, 1935; Chauris, 1956 ; Jonin, 1973, 1981). Ces sédiments sont d'âge Terreneuvien terminal (Cambien Inférieur, Doré et al., 1984 ; corrélation stratigraphique de Rushton et al., 2011). La contemporanéité générale de ces plutons est aussi suggérée par des âges U/Pb sur monazite à 547 ± 10 Ma et 542 ± 9 Ma (Pasteels and Doré, 1982), une isochrone Rb/Sr donnant un âge de 521 ± 11 Ma (Autran et al., 1983) et des âges $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ sur muscovites aux environs de 530 Ma (D'Lemos et al., 1990). Les intrusions présentent des textures le plus souvent isotropes indiquant une mise en place tardi-orogénique (Ballèvre et al. 2001; Chantraine et al 2001). Elles ont été ensuite affectées par des failles cassantes. Les bassins paléozoïques sus-jacents présentent des plis d'axe sub-équatorial liés à l'orogénèse Hercynienne (Varisque). Un complexe de dykes doléritiques orienté nord-sud traversant le batholite est âgé du Paléozoïque (Le Gall, 1999).

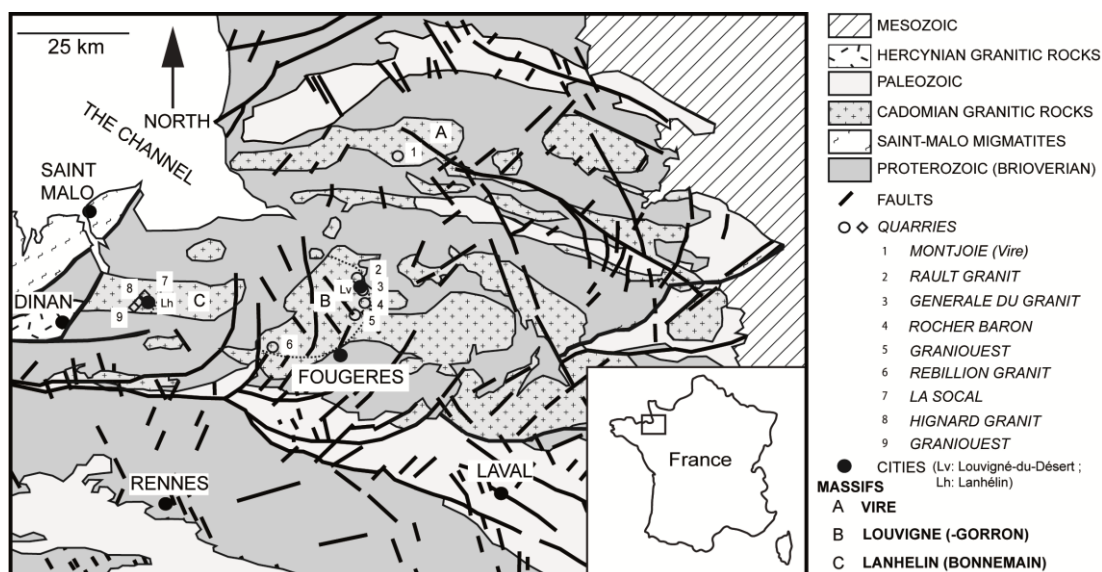


Fig. 15 : Localisation des zones d'étude dans le batholite mancennien. (carte géologique modifiée d'après BRGM 1/1000000 carte géologique de la France; Berthois, 1935 and Jonin, 1969, 1973, 1981 ; Malfilatre et al., soumis).

Les plutons sont composites, principalement constitués de granodiorites, de granites et de leucogranites (Jonin, 1981). Comme dans beaucoup des roches granitiques (voir par exemple, Didier and Barbarin, 1991), trois principaux types d'enclaves sont classiquement trouvés dans le batholite mancennien (Jonin, 1981 ; Fig. 16) : (1) des xénolites de cornéennes caractérisés par des formes angulaires, (2) des enclaves microgrenues, habituellement plus mafiques que la roche granitique hôte, et qui présentent des formes arrondies, et (3) des enclaves surmicacées qui éventuellement correspondent à des résidus de fusion partielle (restites ; Fig. 16).

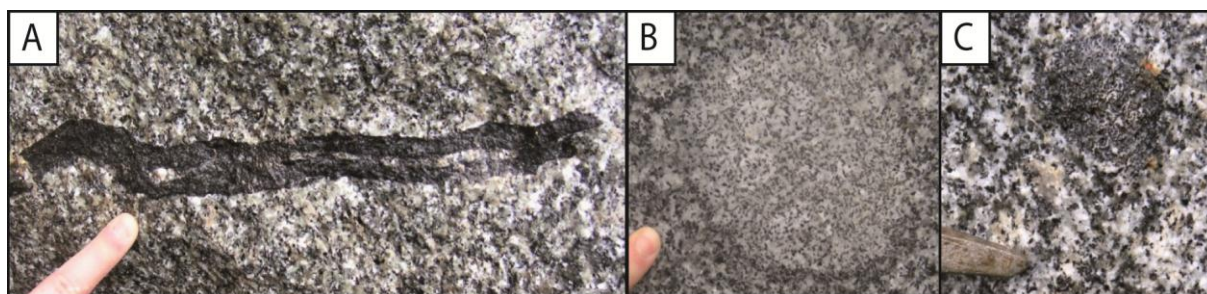


Fig. 16 : Types d'enclaves présents dans les pierres de construction de type Louvigné et Lanhélin: (A) xénolites de cornéennes, (B) enclaves microgrenues mafiques et (C) enclaves surmicacées.

Les roches présentes dans le Batholithe mancennien sont peralumineuses, calco-alcalines fortement potassiques, avec des associations co-magmatiques ferrières (Jonin, 1981; Brown and D'Lemos, 1991). Leur caractère peralumineux indique une importante fusion crustale (Brown and D'Lemos, 1991). La présence de quelques gabbros (Le Gall and Mary, 1983; Le

Gall et Barrat, 1987) et des enclaves mafiques microgrenues soulignent que le manteau a été impliqué dans la source des magmas (Jonin, 1981; Brown and D'Lemos, 1991). Les magmas pourraient s'être formés dans un contexte d'extension post-orogénique qui aurait affecté la Bretagne du Nord durant la fin du Précambrien-début Cambrien (Ballèvre et al., 2001).

Trois types de granodiorites sont encore exploités aujourd'hui pour extraire des pierres de construction (Fig. 2) : la granodiorite à biotite-cordiérite de type Vire, qui est omniprésente au sein du batholite ; la granodiorite « bleu » de type Lh qui est spécifique de la partie occidentale de l'intrusion de Lh ; la granodiorite « gris-bleu » de type Lv qui forme la partie occidentale de l'intrusion de Lv. Cette dernière est également présente dans la bordure orientale de l'intrusion de Lh (Fig. 15 ; Jonin, 1981) elle n'est exploitée que dans l'intrusion de Lv. Les deux granodiorites de type Lh et Lv constituent deux de nos populations de référence (Fig. 17).

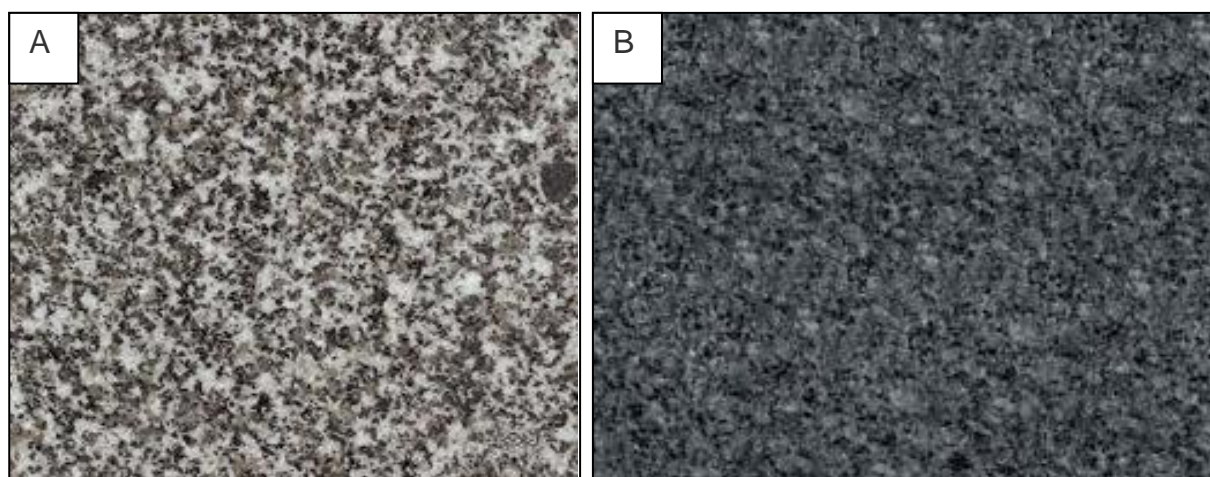


Fig. 17 : Faciès commerciaux des pierres de construction de Louvigné (A) et de Lanhélin (B).

4. Le calcaire de Comblanchien (Cbl)

Au Sud-est du bassin de Paris, Comblanchien est une commune de Bourgogne située entre Beaune et Nuits-St-Georges, (Fig. 18A). Les quatre carrières exploitant le calcaire de Comblanchien se situent à l'ouest du Graben de Bresse (Fig. 18A et 18B). Au cours du Cénozoïque, plusieurs phases de déformation ont induit des déplacements le long des failles dans la marge occidentale du Graben de Bresse (Rocher et al., 2003). Une d'elles consiste en un raccourcissement NS majeur et est éventuellement pyrénéenne (Rocher et al., 2003). Les carrières de Comblanchien se trouvent à la limite de deux domaines géologiques délimités par une « faille bordière du fossé tectonique bressan » majeure de direction N40E (Gervais et al., 1993). Ces domaines sont : (1) à l'ouest, la partie orientale du plateau calcaire jurassique du

seuil de Bourgogne et (2) à l'est, la plaine de la Saône qui conditionnaient le fossé d'effondrement bressan comblé par des alluvions et des sédiments fins d'âge tertiaire et quaternaire (Gervais et al., 1993).

La Formation de Comblanchien est située entre la Formation de l'Oolithe Blanche (Bathonien) et la Formation de la Dalle Nacrée (Callovien inférieur ; Purser, 1975; Delmas et al, 2010 ; Fig. 18C). La présence de foraminifères *Meyendorffina* (*Kilianina*) *bathonica* et *Orbitammina elliptica* (Delance, 1964) dans la Formation de Comblanchien indiquent un âge Bathonien supérieur (Jurassique moyen). La base de la formation est diachrone de la base du Bathonien moyen à l'Est jusqu'au Bathonien supérieur à l'Ouest ; elle s'étend sous le Bassin Parisien et vers le Jura (Purser, 1975 ; Gaumet, 1997). Son épaisseur varie de 25 m dans l'ouest de la Bourgogne à 50-60 m dans l'est de la Bourgogne (Perrier, 1993). Ainsi, des passages latéraux de faciès sont observés à la base de la série bathonienne entre les formations de Comblanchien et de l'Oolithe Blanche.

La Formation de Comblanchien est légèrement hétérogène avec divers clastes (oncoïdes, ooides, pellets et fossiles) et avec une phase de liaison micritique à sparitique (Floquet et al, 1989 ; Javaux, 1992 ; Garcia, 1993; Delmas et al, 2010). D'après Cayeux (1931), Pomerol (1975), Purser (1975), Garcia (1993) et Gaumet (1997), le matériel originel a été soit une boue de précipitation, soit un sable dont les grains, corrodés et altérés (micritisation), ont leur structure estompée et difficilement reconnaissable. Ces sédiments d'énergie modérée ou faible ont été déposés à l'intérieur d'un vaste lagon, de type Bahamas, qui occupait la plus grande partie de la Plate-forme bourguignonne au cours du Bathonien moyen et supérieur (Purser, 1975 ; Medus et Mojon, 1996; Delmas et al, 2010). La Formation de l'Oolithe Blanche représente les faciès de barrière qui conditionnait l'existence de ce lagon. De plus, le système sédimentaire du Comblanchien se met en place dans un contexte d'élévation générale du niveau marin relatif (Javaux, 1992).

Pour les carriers, le nom de Comblanchien désigne un banc précis, épais de 5 à 6 m, à l'intérieur de la Formation de Comblanchien, localisé dans la commune de Comblanchien (Fig. 18). La carrière Rocamat n'étant pas située sur la commune de Comblanchien ne peut appeler sa pierre de construction ainsi et la nomme Rocheron. Quelques études ont déjà été menées sur la pierre de construction de Comblanchien (par exemple, Dumon, 1968 ; Rat, 1991 ; Perrier, 1997). Elles caractérisent uniquement cette pierre de construction de manière pétrographique et/ou pétro-physiques.

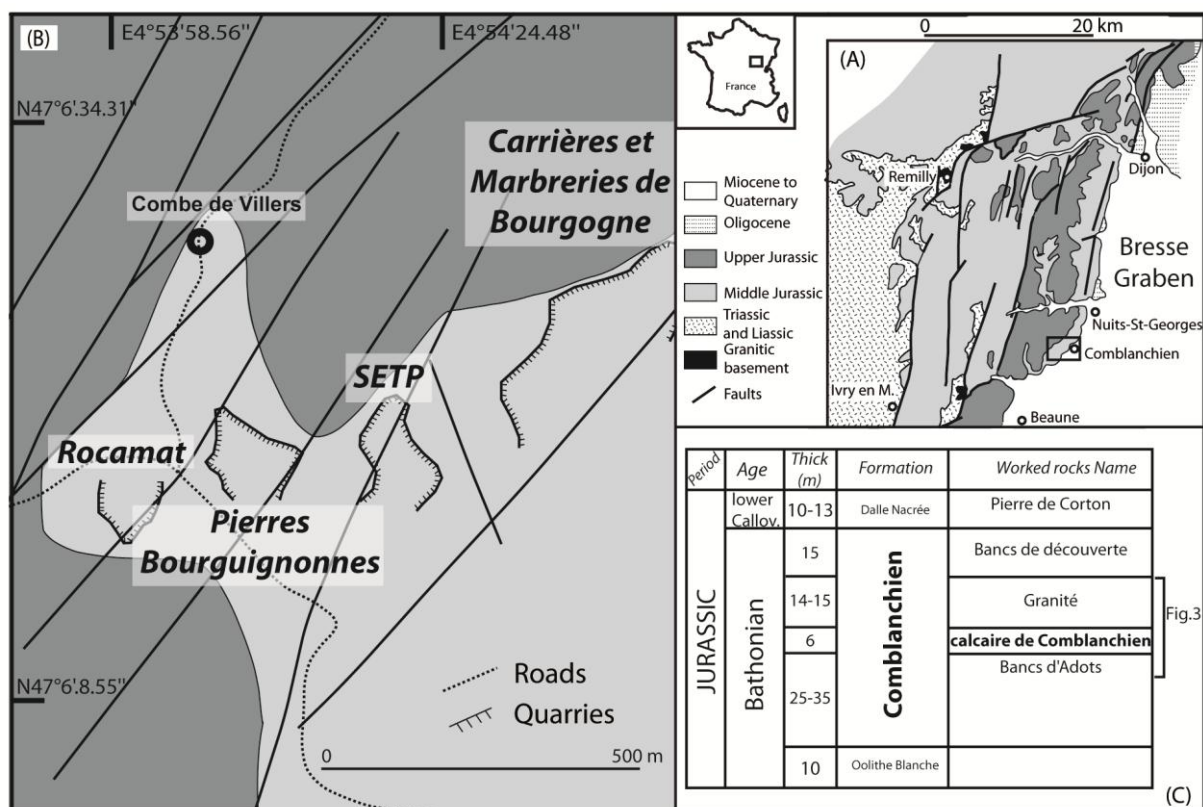


Fig. 18 : (A) Carte géologique de la région de Comblanchien. (B) Localisation des quatre carrières exploitant le calcaire de Comblanchien (modifiée d'après la Carte Géologique au 1/50 000^e, Gélard, 1978) (C) Position stratigraphique et géochronologique du calcaire de Comblanchien (Malfilatre et al, accepté).

Dans les quatre carrières en exploitation (Fig. 18B), les carriers distinguent quatre types de calcaires commerciaux. Du bas vers le haut, ils sont nommés: Bancs d'Adots, calcaire de Comblanchien (incluant le Rocheron de la carrière Rocamat), Granité, et Bancs de découverte (Fig. 18C). Cette étude se concentre sur la deuxième pierre de construction (Fig. 19 ; décrite par Rat, 1991), mais fournit également des données pour le Granité.

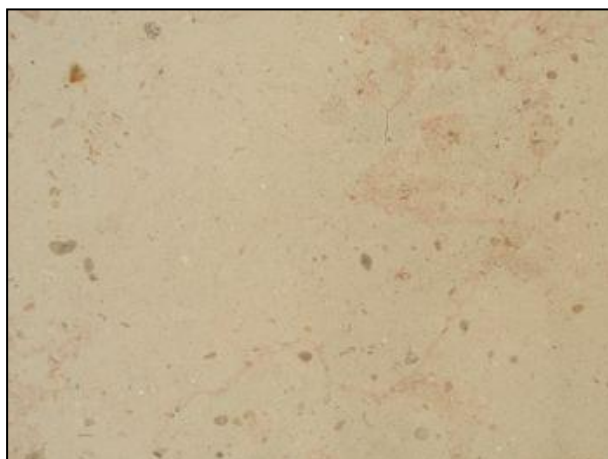


Fig. 19 : Faciès commercial de la pierre de construction de Comblanchien.

5. Les pierres étrangères

5.1. Le batholite Los Pedroches : le granit gris de Quintana en Espagne (QE)

Dans le centre de l'Espagne, l'intrusion de Los Pedroches appartient au batholite de Los Pedroches situé au sud de la Zone Centre-Ibérique (Fig. 20). Ce batholite appartient à la chaîne hercynienne européenne ; il est orienté NO-SE et est long de 250 km et large de 8-30 km (Defalque et al., 1992; Donaire et al., 1999 ; Pascual et al., 2008 ; Carracedo et al., 2009 et références incluses ; Fig. 20).

Ce batholite essentiellement granodioritique et granitique est intrusif dans un anticlinal constitué de schistes dévono-carbonifères (Defalque et al., 1992). Les intrusions granitiques sont datées par des isochrones $^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$ sur roches totales à 308 ± 11 Ma (Defalque et al., 1992). L'intrusion granodiorite est quand à elle datée par U/Pb sur zircons à $307,7 \pm 0,4$ Ma (Carracedo et al., 2009). Ces âges correspondent à des âges de cristallisation et de mise en place des granitoïdes.

Plusieurs intrusions tardi-orogéniques composent le batholite (Capdevila et al., 1973 ; Defalque et al., 1992 ; Carracedo et al., 2009). Dans ces intrusions, une granodiorite couvre presque l'ensemble du batholithe. Des granites plus jeunes sont présents au sein de plusieurs petites intrusions et un cortège de dolérite, lamphrophyre, micromonzonite, microsyénite et de roches microgranitiques forment un complexe composite de filons plus tardifs (Larrea et al., 2004; Pascual et al., 2008; Carracedo et al., 2009 ; Fig. 20). Carracedo (1991) suggère que le batholite de Los Pedroches, témoin d'une fusion mantellique et crustale, se forme pendant l'extension post-collisionnelle reliée à l'évolution de la chaîne hercynienne.

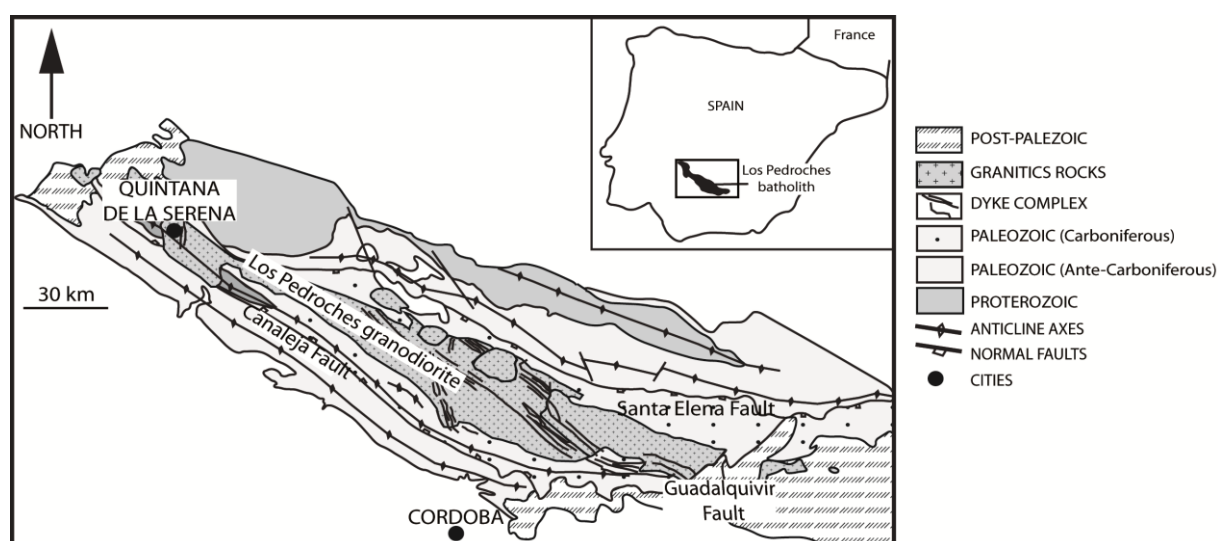


Fig. 20 : Localisation de la zone d'étude en Espagne, le batholite Los Pedroches, et carte géologique simplifiée de la zone d'étude (modifiée d'après Carracedo et al., 2009).

Des enclaves microgrenues mafiques à biotite \pm amphibole de compositions quartz-dioritique, tonalitique, et granodioritique et des enclaves de cornéennes sont communes au sein de l'intrusion granodioritique (Defalque et al., 1992, Pascual et al., 2008; Carracedo, 1991; Carracedo et al., 2009). La granodiorite présente une composition métalumineuse à peralumineuse, calco-alkaline (moyennement à fortement potassique; Eraso and Garrote, 1984, Defalque et al., 1992 and Pascual et al., 2008).

Le granit « gris-blanc » Quintana (QE) provient du faciès granodioritique à enclaves de Los Pedroches (près de Quintana de la Serena, Fig. 20 et 21). Cette pierre de construction est aussi nommée la granodiorite Pozoblanco (Defalque et al., 1992). Elle est un objet de notre étude, étant une des pierres équivalentes commerciales du granit gris bleu de Louvigné.



Fig. 21 : Faciès commercial de la pierre de construction de Quintana.

5.2. *La vallée de Douro, région de Peñafiel, Portugal : les granits gris (A) et (B)*

La région de Peñafiel au Portugal (Fig. 22) se situe près de Porto, au nord du Portugal, dans la Zone Centre Ibérique. La région est essentiellement composée de sédiments paléozoïques et d'une intrusion magmatique caractérisée par des granitoïdes des séries alcaline et calco-alkaline (Dias et al., 1998 ; 2002). L'encaissant des roches plutoniques est de diverses natures (schistes, grauweekes, ardoises, conglomérats, quartzites, calcaires, grès) et est daté du Précambrien au Carbonifère (Fig. 22).

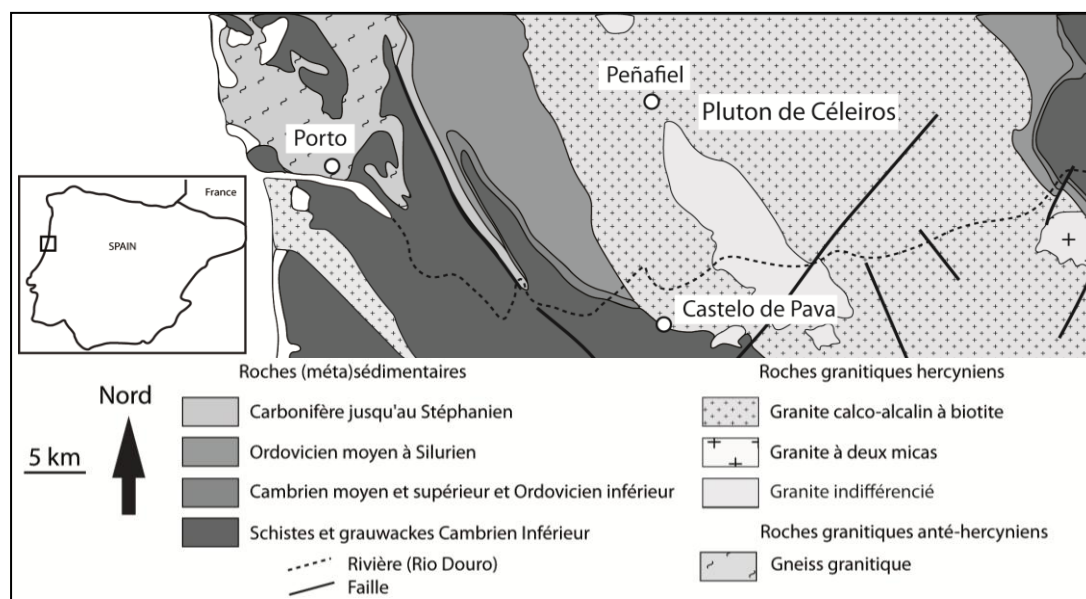


Fig. 22 : Carte géologique simplifiée de la zone d'étude : granit de la vallée de Douro, Peñafiel (modifiée d'après la carte géologique du Nord-Ouest de la Péninsule Ibérique 1/500 000^e, 1967).

Deux groupes intrusifs sont bien distincts : (1) des granites calco-alcalins à mégacristsaux à grain grossier et à biotite mis en place vers 320 ± 10 Ma et (2) des granites calco-alcalins à alcalins, à grain moyen à fin et à deux micas post-tectoniques en massifs circonscrits, mis en place vers 280 ± 10 Ma (Alvarado, 1980). D'après Dias et al. (1998) et (2002), les granites se sont possiblement mis en place durant une phase d'extension Carbonifère post épaisissement crustal de l'orogène hercynienne.

La provenance exacte des pierres de construction A et B (références commerciales), équivalentes au granit de Louvigné, (Fig. 23) n'est pas connue. Il est vraisemblable qu'elles proviennent de l'intrusion Celéiros. Dans cette intrusion domine un monzogranite à biotite, peralumineux avec une affinité calco-alcaline fortement potassique (Fig. 22 ; Dias et al., 1998 ; Gloaguen, 2006).

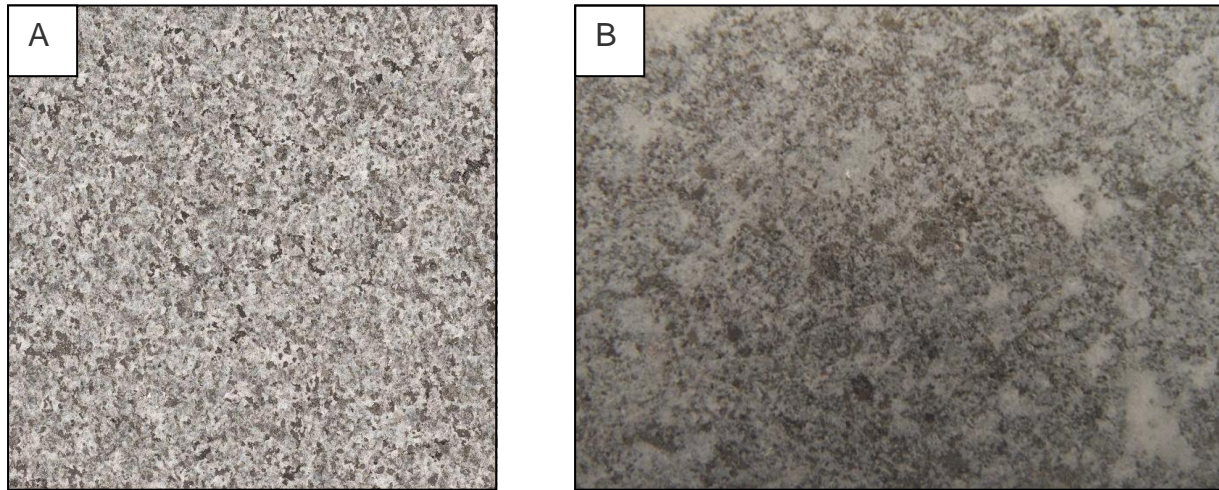


Fig. 23 : Faciès commerciaux des pierres de construction A et B.

5.3. *La Province Fujian en Chine : le granit bleu (654) et le granit gris (603)*

La province de Fujian est située dans le sud de la Chine. C'est l'une des principales provinces granitiques dans le monde. Elle se caractérise par un magmatisme Jurassique et Crétacé (Yanshanian ; Xu et al., 1999 ; Li, 2000 ; Fig. 24). Dans cette province, la zone de cisaillement Changle-Nanao NNE sépare la ceinture métamorphique Pingtan-Dongshan à l'Ouest de la ceinture magmatique à l'Est (Chen et al., 2002 ; Fig. 24). Dans cette dernière, dominant des intrusions d'âge Crétacé à l'Est, le domaine occidental étant quant à lui essentiellement occupé par des intrusions d'âge Jurassiques (Fig. 24).

Les intrusions d'âge Crétacé montrent une large gamme de compositions, mais sont dominées par des granites, et dans une moindre mesure par des granodiorites, des diorites et des gabbros. L'existence d'un magmatisme mafique associé est aussi indiquée par la présence de filons ou d'enclaves dans les roches plus felsiques (Xu et al., 1999). Dans la partie la plus à l'Est (zone de Zhangzhou et Fuzhou, Fig. 24), les roches granitiques sont calco-alcalines fortement potassiques.

Quatre principaux épisodes d'intrusions sont évoqués successivement dans toute la ceinture magmatique : (1) 136-146 Ma, (2) 122-129 Ma, (3) 101-109 Ma, et (4) 87-97 Ma ($^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$, $^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$ et/ou U/Pb ; Li, 2000). Des sources mantelliques et continentales sont impliquées dans la pétrogenèse des magmas, probablement en réponse à une extension lithosphérique dans un contexte arrière-arc (Zou 1995 ; Lo et al., 1996 ; Xu et al., 1999 ; Li, 2000).

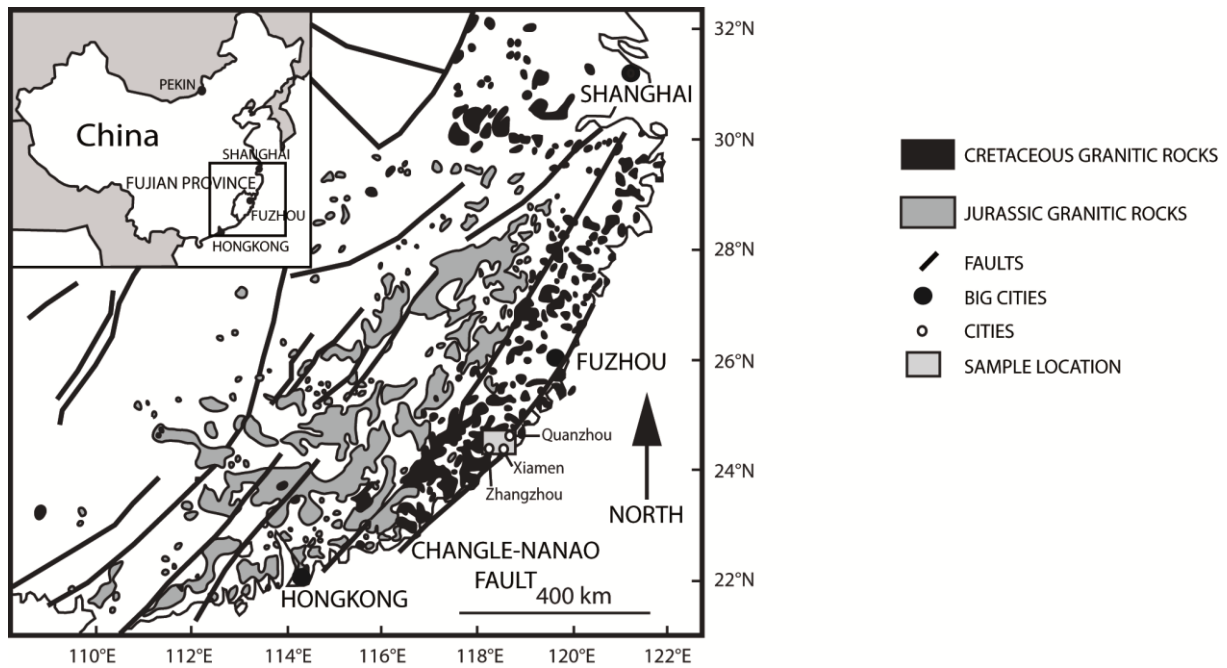


Fig. 24 : Localisation de la zone d'étude en Chine et carte géologique simplifiée (modifiée d'après Li, 2000).

Les pierres de construction « bleue » 654 et « grise » 603 (références commerciales), respectivement équivalentes aux granits de Lanhélin et du Tarn du point de vue commercial, ont été extraites dans le complexe intrusif de Zhangzhou (Xu et al., 1999 ; Fig. 24 et 25). L'âge de ce groupe composite d'intrusions n'est pas bien contraint. En effet, les âges isochrones $^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr}$ sur roches totales situent la mise en place dans une gamme 123-97 Ma (Xu et al., 1999). La provenance exacte de ces deux granits n'est pas connue.

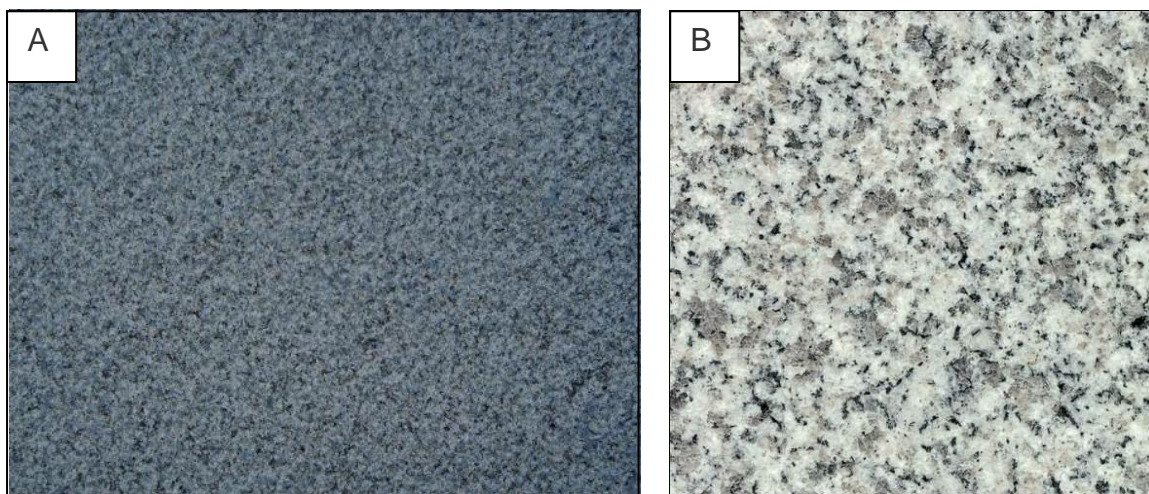


Fig. 25 : Faciès commerciaux des pierres de construction (A) 654 et (B) 603.

5.4. Les plutons de Zarza et de Montanchez (région d'Estrémadure) en Espagne : le granit bleu « Azul Extremadura » (SP1)

La région d'Estrémadure est située près de la bordure sud de la Zone Centre Ibérique (Fig. 26). La caractéristique principale de cette zone est l'existence de grands anticlinaux détritiques, séparés par d'étroits synclinaux où affleurent des dépôts Paléozoïques allant de l'Ordovicien au Carbonifère supérieur (Campos Egea, 1998). Les déformations sont hercyniennes (Fernandez et Castro, 1999). Une autre caractéristique de cette zone est d'être composée par un grand nombre de plutons granitiques. Ils constituent le « Batholite Central d'Estrémadure » (BCE ; Campos Egea, 1998 ; Castro et al., 1999).

Les ensembles géologiques dans le BCE sont principalement de trois types (Fig. 26). Dans l'ordre chronologique on retrouve : (1) des séries sédimentaires pré-ordoviciennes (turbidites, pélites, grauwares, conglomérats), (2) des séries sédimentaires paléozoïques (quartzites, ardoises, schistes, calcaires, conglomérats, grès), et (3) des intrusions hercyniennes (granodiorites, tonalites, granites, monzogranites, leucogranites ; Campos Egea, 1998).

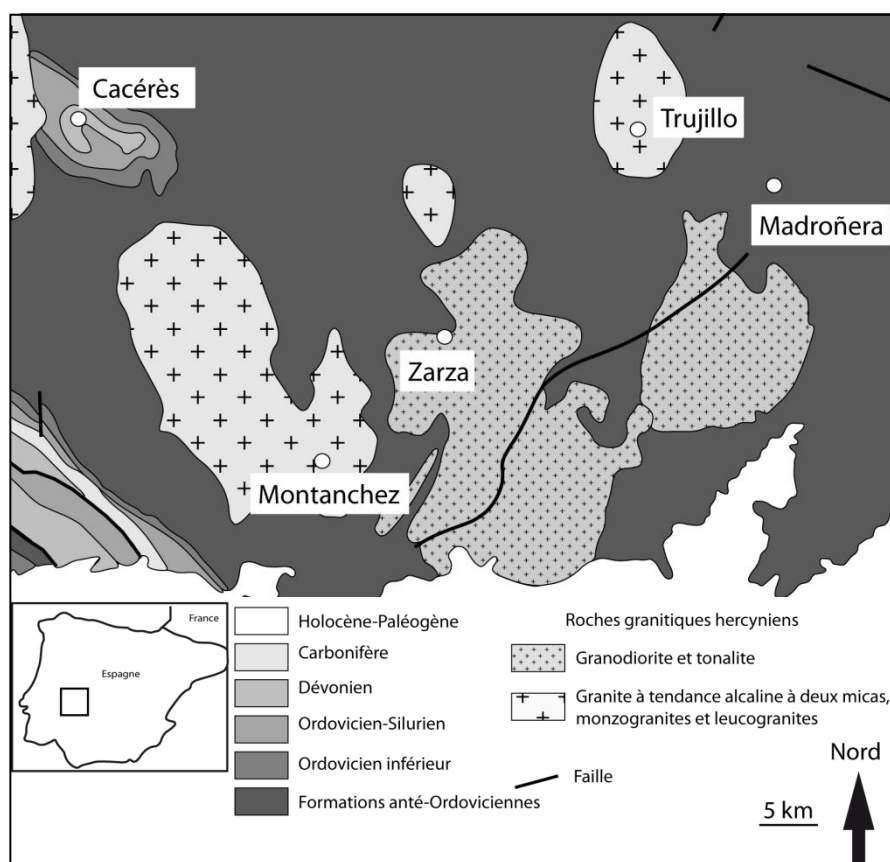


Fig. 26 : Localisation de la zone d'étude en Espagne (région d'Estrémadure) et carte géologique simplifiée de la zone des plutons de Zarza et de Montanchez (modifiée d'après la Carte géologique du massif Ibérique au Sud-Est de la Péninsule Ibérique, 1975 et Campos Egea, 1998).

Dans l'unité 3, de rares roches mafiques associées (diorites, gabbros et quartzo-diorites) peuvent être observées dans de petites intrusions spatialement associées aux plutons de granodiorite-monzogranite (Fernandez-Suarez et al., 2011). La mise en place et la cristallisation des magmas sont d'âge Carbonifère inférieur (Isochrone Rb/Sr sur roches totales à 326 ± 24 Ma, Castro et al., 1999 ; Campos Egea, 1998).

Les plutons de Zarza et de Montanchez sont composés de diorite quartzique, quartz-diorites, de tonalites, de granodiorites à biotite, de granodiorites à biotite riche en enclaves surmicacées (ouest et sud-ouest des plutons), et d'un faciès quartzo-dioritique à grain moyen avec amphibole et cordiérite (Campos Egea, 1998). Dans ces deux intrusions, les diorites quartziques occupent préférentiellement le centre des plutons.

La pierre de construction Azul Extremadura (dont la référence commerciale est SP1), équivalente du granit de Lanhélin, a été extraite dans un de ces deux plutons (Fig. 27). La provenance exacte de ce granit n'est pas connue. Il correspond à une tonalite à biotite, gris-bleue et à grains fins.



Fig. 27 : Faciès commercial de la pierre de construction Azul Extremadura.

5.5. *La région de Vigo en Galice, Espagne : le granit rose de Porriño (POR)*

La région de Vigo en Galice (Fig. 28), dans la zone Nord-Ibérique (Zone de Galice-Tras-os-Montes), est un des deux principaux centres de production espagnols. Le socle de l'ensemble de cette zone est constitué de terrains d'âges Néoprotérozoïque à Cambrien inférieur. Ce socle est affecté par la tectonique cadomienne, responsable de la discordance entre les formations

Néoprotérozoïques et Cambriennes (Gloaguen, 2006). La déformation hercynienne de l'ensemble du Nord-Ouest du Massif Ibérique est caractérisée par une importante phase tectonique (Gloaguen, 2006). Ainsi, dans sa partie ouest, la zone de Galice-Trás-os-Montes se présente sous la forme d'un ensemble de nappes empilées (vergence des chevauchements vers l'Est) ayant des origines et des histoires tectono-métamorphiques très différentes (Gloaguen, 2006).

Ries (1979) a obtenu des âges Rb-Sr, isochrones biotites-roches totales, à environ 292 Ma pour les granites. Une datation plus récente confirme cet âge Paléozoïque de mise en place des intrusions/granites. En effet, Garcia-Garzon (1987) obtient une isochrone Rb-Sr sur roches totales à 287 ± 9 Ma pour le granite de Porriño. Les principaux granitoïdes de Galice recoupent les structures hercyniennes (par exemple, le pluton de Porriño ; Fig. 28). Ils se présentent sous forme de vastes massifs sub-circulaires tardi- à post-hercyniens (Gloaguen, 2006 ; Villaseca, 2009).

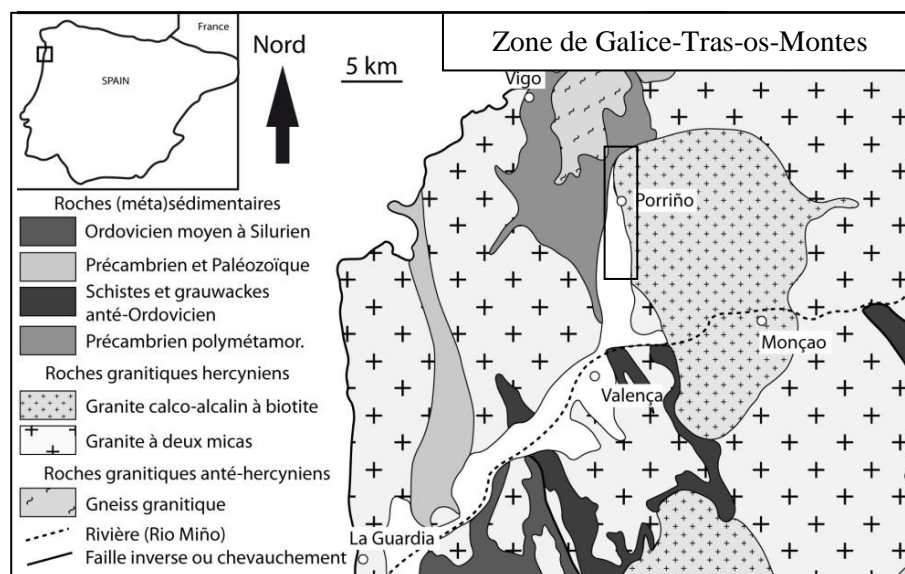


Fig. 28 : Localisation de la zone d'étude en Espagne et carte géologique simplifiée, granite rose de Porriño. L'encadré noir représente la zone d'extraction du granite Porriño (modifiée d'après la carte géologique du Nord-Ouest de la Péninsule Ibérique 1/500 000^e, 1967).

Le granite commercialisé rosé de Porriño, équivalent au granite rose de La Clarté au point de vue commercial, se trouve en bordure ouest de l'intrusion de Porriño (Perrier, 1992 ; Fig. 28, 29). La localisation exacte de la carrière d'où a été extrait l'échantillon dont nous disposons n'est pas bien située. C'est un monzogranite calco-alcalin à biotite et hornblende, comprenant des enclaves microgrenues mafiques (Villaseca, 2009), et associé à des diorites et des gabbros (Perrier, 1992 ; Sanchez Delgado, 2005 ; Barrientos, 2010).

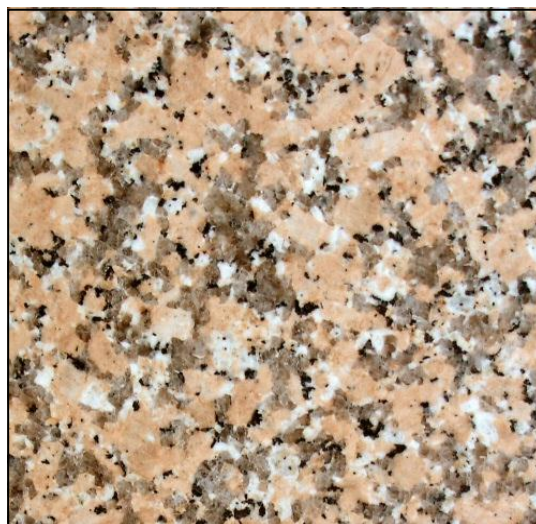


Fig. 29 : Faciès commercial de la pierre de construction Porriño.

5.6. *Le Bassin Lusitanien au Portugal: le calcaire Vidraço ATaija Crème (VATC)*

Le Bassin Lusitanien Mésozoïque occupe toute la marge ouest du centre du Portugal. Il mesure approximativement 300 km de long et 180 km de large (Fig. 30). Il s'est développé durant trois principales phases de rifting au Trias, au Lias, et à la fin de l'Oxfordien (Schneider et al., 2009). Le Bassin Lusitanien se situe sur une marge continentale passive (Schneider et al., 2009). Ce bassin est divisé en trois secteurs par des failles majeures (failles de Nazaré et du Tage ; Fig. 30) dont l'origine est supposée hercynienne : le secteur nord du Bassin Lusitanien, le secteur central du Bassin Lusitanien et le secteur sud du Bassin Lusitanien (Fig. 30). Notre zone d'étude se situe dans le secteur central du Bassin Lusitanien, et plus précisément dans la Serra de Candeeiros appartenant à l'ensemble des plateaux calcaires du Jurassique moyen (Fig. 30). Ce sont des dépôts de plate-forme carbonatée (Ruguet et al., 1988) dans lesquels se trouve la Formation Moleanos, qui nous intéresse plus particulièrement. D'après Ruguet et al. (1988), le Jurassique moyen montre des faciès de plate-forme proximale parfois très superficielle au Bathonien (167-160 Ma) peut être un peu plus profonde ou plus ouverte au Callovien (160-154 Ma).

La Formation Moleanos dont est extrait notre échantillon de pierre analogue commercialement du calcaire de Comblanchien appartient à la série calcaire callovienne (Perrier, 1993 ; Ruguet et al., 1988). Nous ne savons pas où se localise précisément cette Formation dans la série calcaire callovienne. Rugnet et al. (1988) décrivent les ensembles lithologiques de la série calcaire callovienne à partir d'une seule carrière. Ils observent dans cette carrière sur une épaisseur de 15 m environ, de bas en haut : (1) environ 3 m de calcaires à petits oncolites et brachiopodes, (2) 4,50 m de calcaires massifs à pelletoides et rares

oncolites avec quelques polypiers isolés, (3) 6,50 m de continuité des faciès à pelleteïdes avec quelques oncolites, polypiers et brachiopodes. Au-dessus de cette carrière, sont observés des calcaires graveleux ou oolithiques, puis des niveaux à pellets, des micrites à petits oncolites et enfin des niveaux crinoïdiques. Suivant les recommandations de Flügel (2004), les niveaux à oncolites sont aussi appelés niveaux à grains enrobés. En résumé, cette série callovienne atteint ainsi au moins 120 m d'épaisseur et est constituée de calcaires bioclastiques à grains enrobés, à intercalations récifales, en bancs de 2 à 4 m.

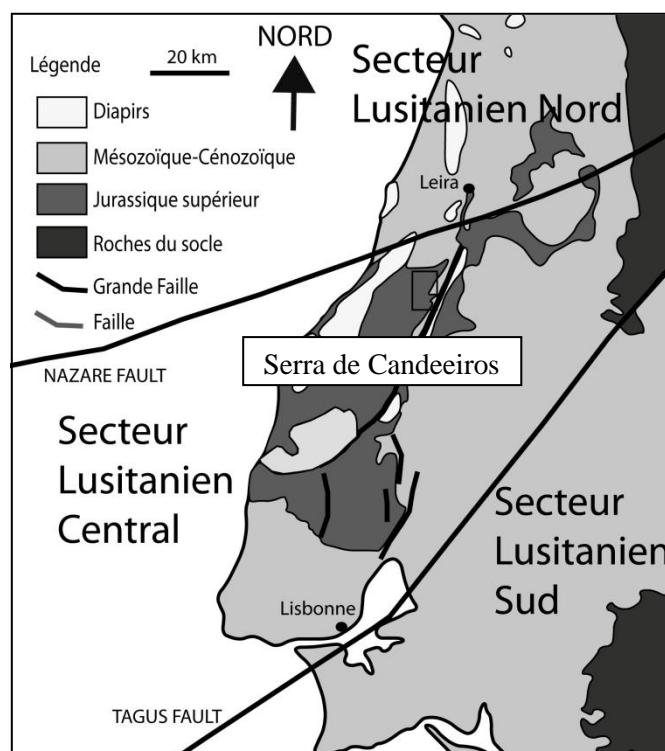


Fig. 30 : Localisation du Bassin Lusitanien et de ses trois secteurs (Portugal ; modifié d'après Schneider et al., 2009) ; encadré noir, zone d'extraction du calcaire portugais VATC Moleanos.

La pierre de construction Vidraço ATaija Crème (VATC), équivalente au calcaire de Comblanchien, provient de la Formation Moleanos (150 m) d'âge Callovien (Perrier, 1993), exploitée dans les localités de Moleanos et Ataija, au NE de la Serra de los Candeeiros (Fig. 30 et 31). La localisation de la carrière d'où est extrait l'échantillon n'est pas connue.



Fig. 31 : Faciès commercial de la pierre de construction VATC.

Partie I :
Caractérisation de
pierres de construction de
type granitique

Partie I : Caractérisation des pierres de construction de type granitique

SOMMAIRE

<i>Chapitre 1 : Le granit gris Silverstar du Tarn</i>	<i>81</i>
1. Introduction	83
2. Caractérisation	85
3. Variabilité à l'échelle d'une carrière	97
4. Caractérisation et comparaison du granit commercial équivalent du granit gris Silverstar du Tarn	99
 <i>Chapitre 2 : Le granit rose de La Clarté</i>	 <i>105</i>
1. Introduction	107
2. Caractérisation	110
3. Variabilité à l'échelle d'une carrière	124
4. Variabilité à l'échelle de l'intrusion « commercialisée »	124
5. Test de provenance et de validité de la caractérisation	125
6. Caractérisation et comparaison du granit commercial étranger équivalent du granit rose de La Clarté	132
 <i>Chapitre 3 : Les granits gris bleu de Louvigné et bleu de Lanhélin</i>	 <i>137</i>
1. Introduction	139
2. Caractérisation (article soumis)	143
3. Compléments de l'article, concernant la caractérisation	182
4. Comparaisons du granit de Louvigné avec deux autres analogues	196
5. Comparaison du granit de Lanhélin avec un autre analogue	206
 <i>Chapitre 4 : Analyse statistique</i>	 <i>213</i>
1. Introduction	215
2. Analyses statistiques de différents cas de comparaison	216
3. Analyse statistique sur tous les échantillons	250
4. Test statistique incluant un échantillon du granit de Huelgoat	254

Chapitre 1.
Le granit gris
Silverstar du Tarn

Ce premier chapitre présente le détail de la caractérisation des échantillons prélevés à différents zones d'une même carrière de la pierre de construction Silverstar. Il s'agit de vérifier l'homogénéité de cette pierre de construction à l'échelle d'une seule carrière et de définir les gammes de variations de ses variables modales, géochimiques et magnétiques. Nous comparons également les caractéristiques de la pierre de construction française de référence, Silverstar du Tarn, avec celles d'un de ses analogues commerciaux étrangers provenant de Chine. Il s'agit dans ce cas de mettre en évidence, si elles existent, les variables discriminantes entre ces deux pierres de construction analogues commercialement.

1. Introduction

La région Midi-Pyrénées représente la principale zone d'extraction en granit avec une extraction égale à 52% des blocs bruts équarris en France (données de rapport non publié du Syndicat National des Industries des Roches Ornementales et de Construction-UNICEM, 2010). En 1994, le bassin granitier du Sidobre était déjà la zone la plus productive de granits en France, avec 48,9% de la production nationale. Il fournissait chaque année 65 000 m³ de blocs, devançant nettement la Bretagne (47 776 m³ en 1990 ; Aissaoui et Perrier, 1994). Aujourd'hui, il fournit un peu moins de blocs mais reste toujours en tête des massifs granitiques exploités avec 35 000 à 40 000 m³ de blocs extraits en 2010 contre 50 à 55 000 m³ au milieu des années 90 (Mr Plo, Comm. Person.). La filière granite du Sidobre représente environ 1 200 salariés et plus de 171 entreprises. Le nombre de carrières exploitées a diminué depuis les années 1950, et est réduit actuellement à une vingtaine dans tout le massif. Cependant, les exploitations se sont agrandies. Des marchés importants ont été remportés par les Tarnais du Sidobre pour le dallage des rues piétonnes (Biarritz) et l'habillage d'immeubles (Opéra Garnier en France, Centre Exhibition de Vérone en Italie), mais l'activité principale reste la fabrication de monuments funéraires.

L'intrusion du Sidobre est essentiellement constituée au centre par une granodiorite gris-bleue à biotite, aphyrique à porphyrique, et en périphérie par un granite clair à mésostase grenue à grains moyens souvent porphyrique (cf *Chapitre Contextes géologiques et d'exploitation, Partie I*). Les producteurs distinguent plusieurs variétés de granits commerciaux selon leurs textures, en particulier en fonction de la taille des feldspaths alcalins, parfois en phénocristaux de (« petits ou gros éléments »), et leurs nuances de couleur (clair, moyen, foncé). A l'échelle du massif granitique du Sidobre, les variétés sont, par exemple : Bleu Royal du Tarn, Imperial Granit, Saint Salvy clair, Saint Salvy foncé, Silverstar. Nous nous intéressons uniquement à la variété commerciale Silverstar (marque déposée par l'entreprise PLO Granit), variété claire à grains moyens et non porphyrique.

La majorité des carrières exploite les boules de granites dégagées par l'altération, certaines atteignant quelques milliers de mètres cubes. La carrière PLO Granit (du nom de son dirigeant) est l'un des rares exemples d'exploitation de granite en masse dans cette région. Elle est devenue la carrière la plus importante du bassin, produisant 20 000 m³ de blocs en 2010 (Mr Plo, Comm. Person.). Cette carrière constitue notre carrière cible pour caractériser le granit Silverstar du Tarn (Fig. 32) puisqu'elle exploite uniquement cette variété.



Fig. 32 : Photo de l'exploitation PLO Granit.

La carrière PLO Granit est située en périphérie du massif du Sidobre et proche des contacts géologiques avec le faciès « granite clair » et les cornéennes de bordure (cf *Contextes géologiques et d'exploitation*). Elle est traversée par une grande faille E-W (N93) et est découpée par des fractures N160 (Aissaoui et Perrier, 1994). Ce granit est caractérisé par une faible porosité (0,5%, 2010, NF EN 1936), l'absence de pyrite et la rareté des enclaves (< 5% du volume total d'un échantillon). Même si elles sont rares, deux types d'enclaves ont cependant pu être distingués et caractérisés : (1) des enclaves surmicacées (Fig. 33A), noirâtres, de formes lenticulaires, de taille inférieure à 20 cm, et (2) des enclaves microgrenues quartzo-dioritique à dioritique composées de biotite, plagioclase, quartz et minéraux opaques (Fig. 33B). Ces enclaves mais aussi des faciès montrant du litage compositionnel (Fig. 33C) ont été observés au sein du massif du Sidobre. Quand les enclaves sont petites, elles font partie des blocs équarris commercialisés. Au contraire, quand elles sont de grande taille (métriques), les blocs sont écartés des circuits commerciaux. Les blocs présentant des litages peuvent parfois être commercialisés pour des demandes spécifiques. Ces hétérogénéités ne font pas l'objet de notre étude.

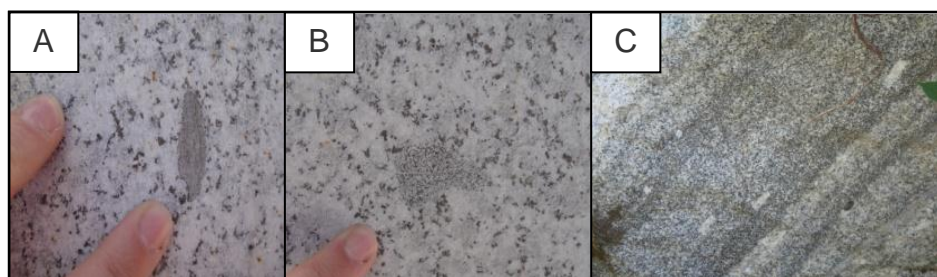


Fig. 33 : (A) Enclave surmicacée, (B) enclave microgrenue et (C) litages compositionnels.

Nous n'avons donc échantillonné que le faciès caractéristique et représentatif de la pierre commerciale Silverstar, très pauvre en enclaves et dépourvu de litages. Deux types d'échantillons ont été prélevés : (1) des portions issues (rebut) de la coupe plus précise de grands blocs équarris et indexés en fonction de leur localisation dans la carrière et (2) des plaques polies de différentes tailles récoltées grâce à la coopération active des carriers. Au total, nous avons collecté dix échantillons dont huit pour les échantillons de type (1) et deux pour les échantillons de type (2). Nous ne possédons pas la localisation précise des échantillons dans la carrière, uniquement l'assurance des carriers, utilisant l'indexation des blocs, que les échantillons (1) proviennent tous de différents niveaux et zones dans la carrière. Ainsi, notre échantillonnage peut être considéré comme représentatif de la variabilité potentielle sur l'ensemble de la carrière et, le cas échéant, adéquat pour la quantifier.

2. Caractérisation du granit gris Silverstar du Tarn

2.1. Caractérisation pétrographique

2.1.1. Description macroscopique et microscopique

En macroéchantillons, la distinction des feldspaths est délicate dans nos roches non porphyriques. Par contre, dans les faciès porphyriques de l'intrusion, les différents constituants se distinguent facilement : le plagioclase blanc et la biotite en cristaux millimétriques, le quartz translucide et le feldspath alcalin blanchâtre en grains souvent centimétriques.

Le contenu minéralogique du granit de construction Silverstar est classique pour une granodiorite (Fig. 34). Qualitativement, du minéral le plus abondant au plus rare, on trouve : le plagioclase zoné (principalement de l'oligoclase) et fortement altéré, le quartz, le feldspath alcalin (microcline perthitique) et la biotite (Planche I, Photo A, B, C, D, E et F). Le plagioclase montre le plus souvent des sections rectangulaires d'une taille moyenne de 2 à 3 mm, atteignant rarement le centimètre. Il se présente en cristaux automorphes à sub-automorphes.

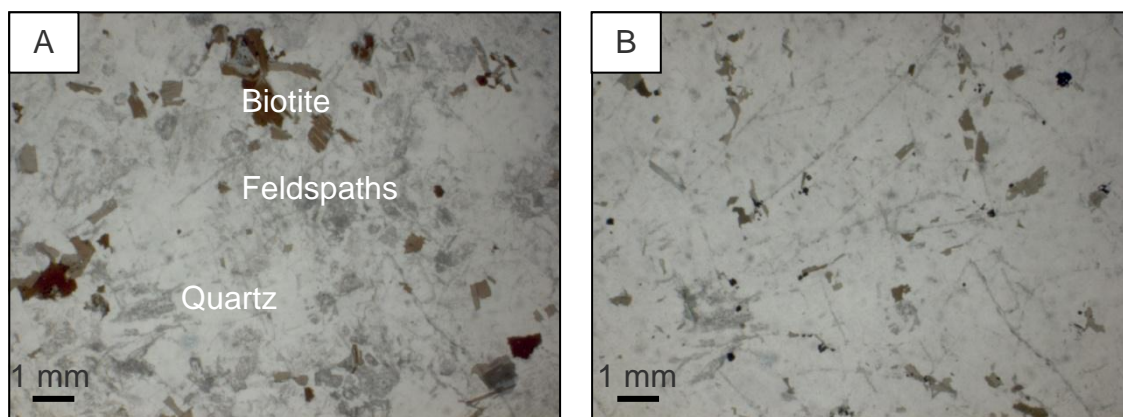


Fig. 34 : Photographie montrant l'aspect des lames minces sous la loupe binoculaire (A) de l'échantillon PLO3.3 du granit Silverstar et (B) de l'échantillon 603, analogue commercial chinois du Silverstar. Deux différences majeures sont à noter : l'altération du plagioclase et la taille des biotites, plus importantes pour le Silverstar.

Le quartz forme le plus souvent des plages polycristallines, parfois assez grandes (5 mm) qui peuvent s'étendre sous forme d'amas de cristaux contigus plus ou moins connectés « en chaînes » parfois sur plusieurs centimètres. Les cristaux eux-mêmes peuvent être composés de sous-grains donnant, en Lumière Polarisée et Analysée (LPA), les extinctions roulantes classiques. Le quartz est aussi présent en cristaux isolés xénomorphes. Le microcline perthitique forme des cristaux xénomorphes souvent de grande taille (de l'ordre du centimètre) et englobent des inclusions parfois nombreuses de plagioclase et de biotite (donc à tendance poecilitique ; Planche I, Photos E et F). Des bourgeons de myrmékite peuvent être fréquemment observés aux contacts des feldspaths (Planche I, Photo B). La biotite est souvent sub-automorphe, inscrite dans des sections rectangulaires ou hexagonales brunes pléochroïques d'environ 3 mm de longueur. La biotite est pauvre en inclusions d'apatite, zircon et de minéraux opaques. Ces derniers avec la muscovite forment le cortège des minéraux accessoires. Du point de vue de l'altération, la chlorite et le sphène se développent souvent aux dépens des cristaux de biotite (Planche I, Photo D). Cette dernière n'est cependant jamais totalement chloritisée (Planche I, Photos A et C). De la damourite envahit souvent le cœur des plagioclases, très rarement l'ensemble du minéral. A noter que pour une roche prélevée en carrière (donc « fraîche »), le granit du Tarn présente de nombreux marqueurs de l'altération.

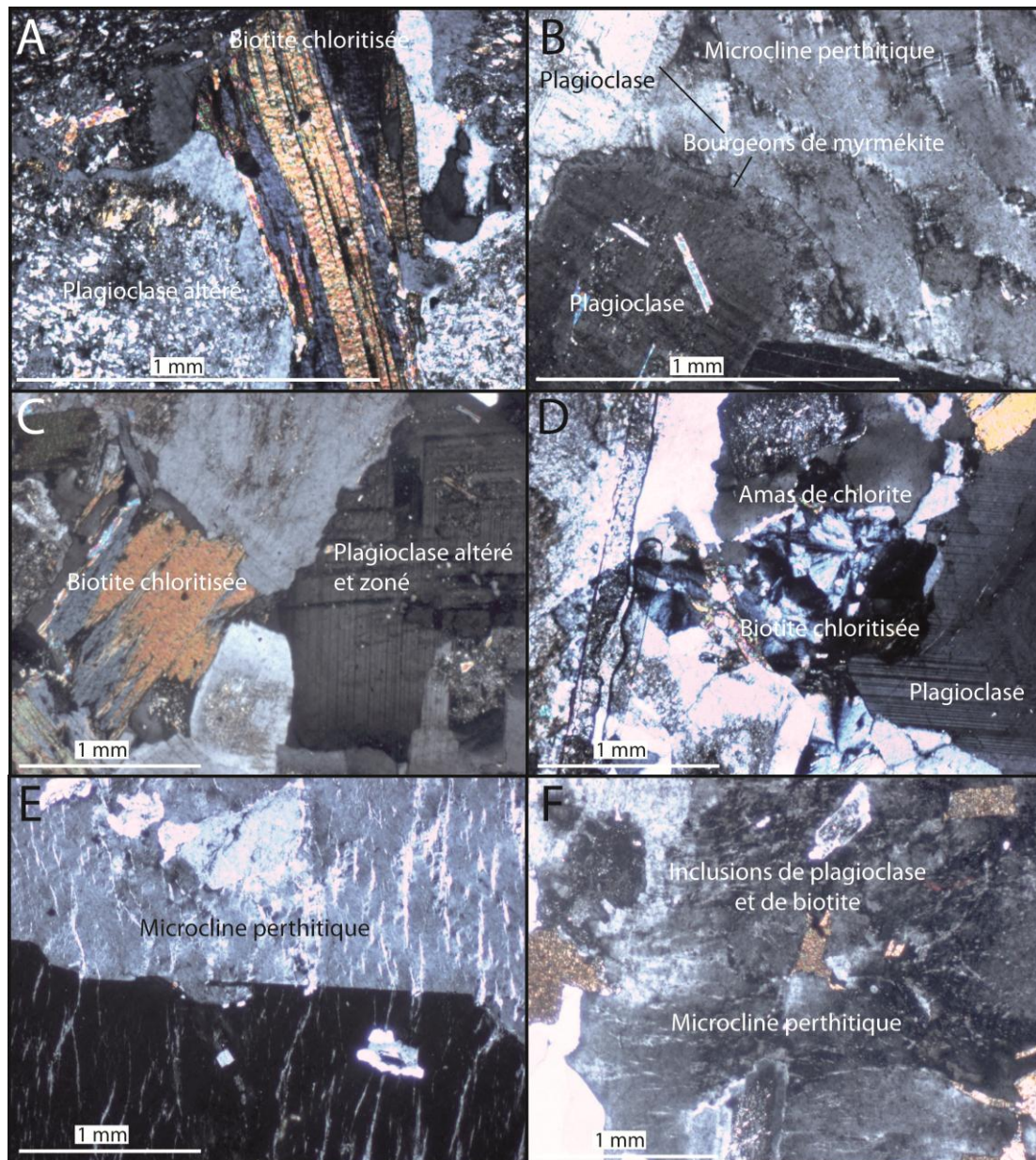


Planche I : Photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur les lames minces du granit gris Silverstar du Tarn en lumière polarisée analysée (LPA). (A & B) Altération du feldspath plagioclase, biotite chloritisée, bourgeons de myrmékite au contact entre du microcline perthitique et le plagioclase, (C) Zonation chimique et altération du feldspath plagioclase, (D) Biotite chloritisée, (E) Microcline perthitique maclé Carlsbad, (F) Inclusions de plagioclase et de biotite dans du microcline perthitique.

2.1.2. Analyse modale

Le granit Silverstar du Tarn est une granodiorite (Fig. 35). Le détail des analyses modales des 10 lames minces se trouve dans l'Annexe AI-10. Certains échantillons se situent près de la limite granite/granodiorite dans le diagramme QAP (Fig. 35). Les proportions relatives des feldspaths (P : Plagioclase et A : Feldspath Alcalin), estimées par le rapport $r = P / (P+A)$, sont de $68,2 \pm 3,3$ (moyenne et écart type sur 10 analyses). La variation relative en quartz (ou

$r' = \text{Quartz} / (P+A)$ est plus importante que la variation en feldspaths estimées par r . Ceci se reflète dans la gamme de variation relativement large des quantités de quartz (24,1-36,5 vol.%). Les modes des échantillons montrent aussi des quantités de plagioclase très variables (34,1-46,7 vol.% ; Fig. 36). Pour ces deux minéraux, les écarts entre les extrémités de gammes de variations modales sont significatifs, en tenant compte des erreurs analytiques de l'Annexe AI-9. Ce n'est pas le cas pour les teneurs en feldspath alcalin et biotite pour lesquelles les barres d'erreur aux extrémités des gammes de variation sont en recouvrement partiel. Le granit gris Silverstar du Tarn est donc caractérisé par : quartz = 24-37 vol%, feldspath alcalin = 15-20 vol%, feldspath plagioclase = 34-47 vol%, biotite = 7-11 vol% et minéraux accessoires = 2-3 vol%. Ces gammes de variation des modes définissent la gamme de variations de la population du granit du Tarn, sur la base de notre échantillonnage.

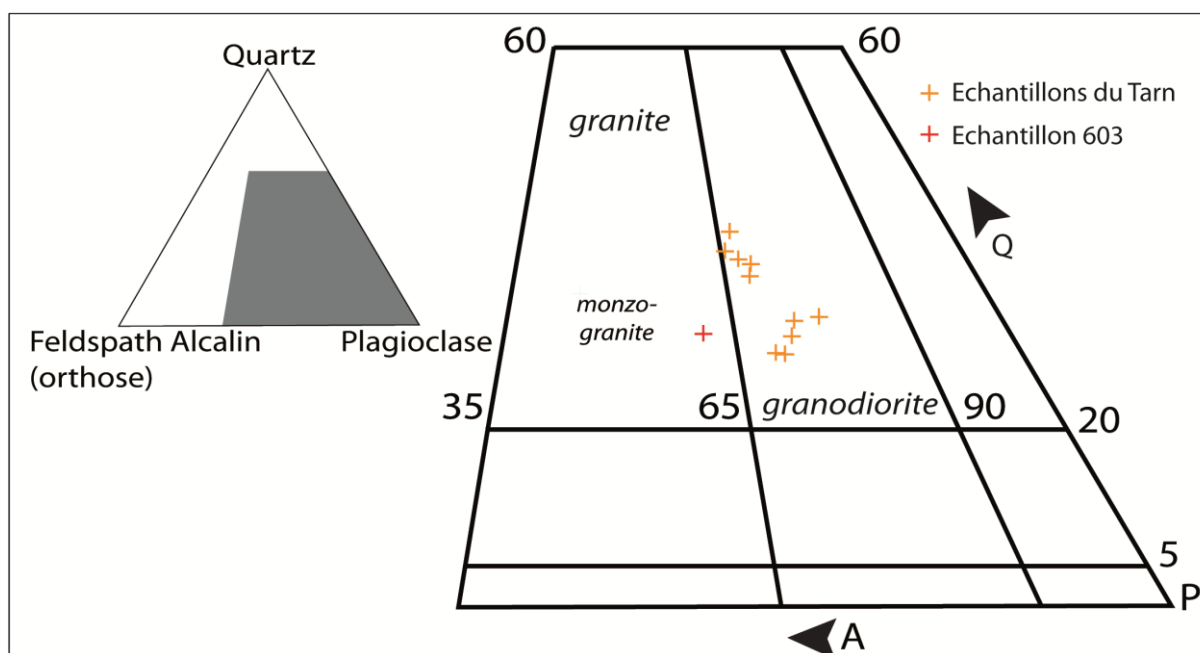


Fig. 35 : Diagramme QAP (Streckeisen, 1974 ; Le Maitre, 2002). Le granit gris Silverstar du Tarn est une granodiorite et son analogue commercial est monzogranitique.

La Figure 36A représente les spectres des compositions modales des échantillons du Tarn normalisés à la moyenne du mode du granit gris Silverstar du Tarn. Ces spectres permettent d'évaluer la variabilité du granit Silverstar à l'échelle de la carrière PLO Granit. A noter que l'échelle des ordonnées est dilatée afin de mieux observer le comportement de chaque spectre. En cohérence avec ce qui précède, nous pouvons observer que certains échantillons sont riches en quartz et pauvres en feldspath plagioclase alors que les autres sont pauvres en quartz et riches en feldspath plagioclase (Fig. 36).

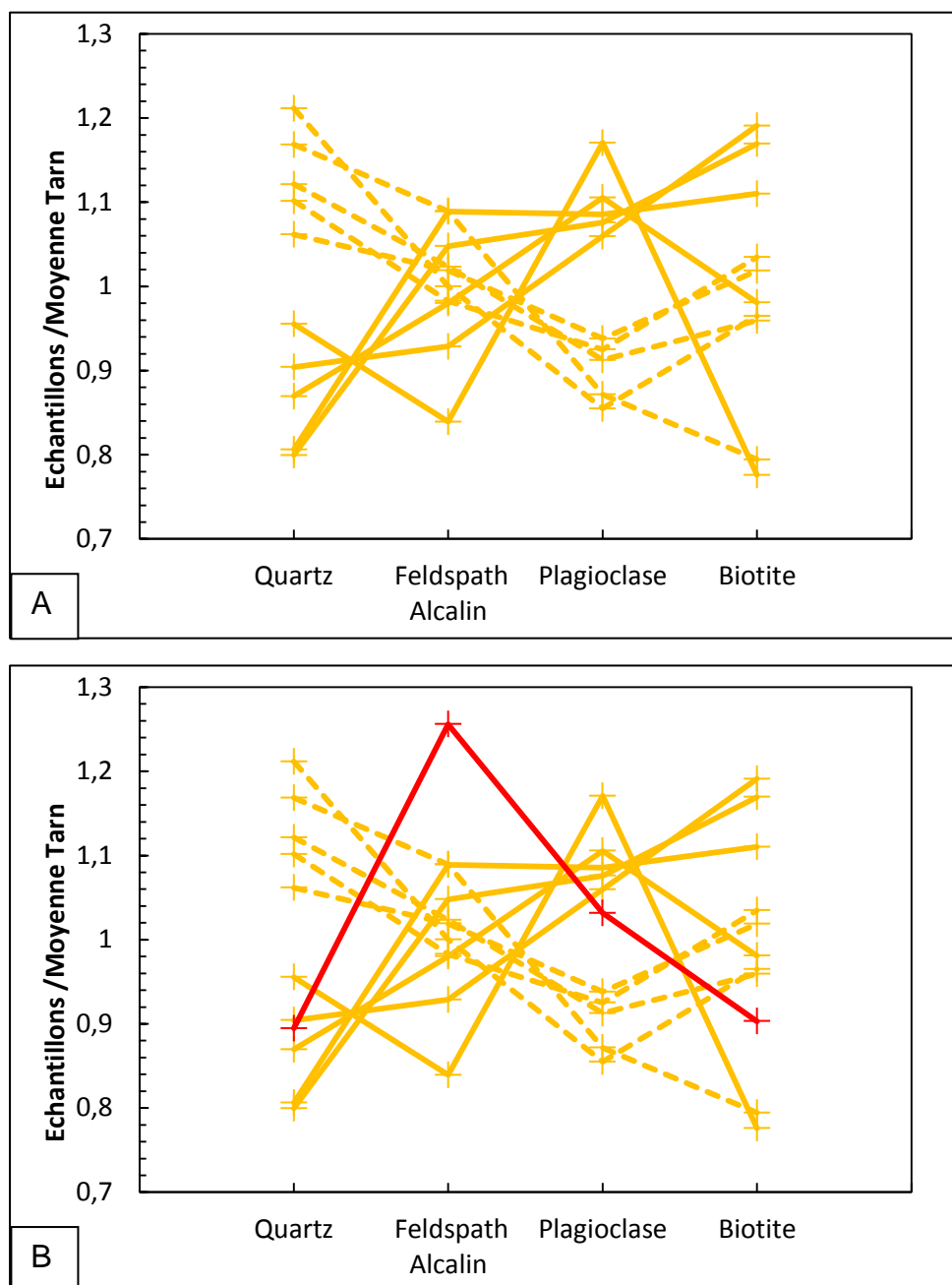


Fig. 36 : (A) Spectres des compositions modales des échantillons du Tarn normalisés à la moyenne du granit gris Silverstar du Tarn. (B) Comparaison des spectres des compositions modales des échantillons du Tarn et de son analogue commercial. Les spectres en traits jaunes pointillés représentent les échantillons riches en quartz et pauvres en feldspath plagioclase. Les spectres en traits jaunes représentent les échantillons pauvres en quartz et riches en feldspath plagioclase.

En traçant les histogrammes de distributions des pourcentages volumiques cumulés de chacune des phases minérales contenues dans les lames minces des échantillons (Fig. 37), nous pouvons observer que la distribution de chacune des phases minérales est décrite par une courbe relativement proche d'une gaussienne. Les courbes de Gauss correspondantes sont calculées grâce à la moyenne et l'écart type de chacune des phases minérales. Dans ces

distributions se distinguent deux pics majeurs, ceux de la biotite (8-10 vol%) et du feldspath alcalin (18-20 vol%).

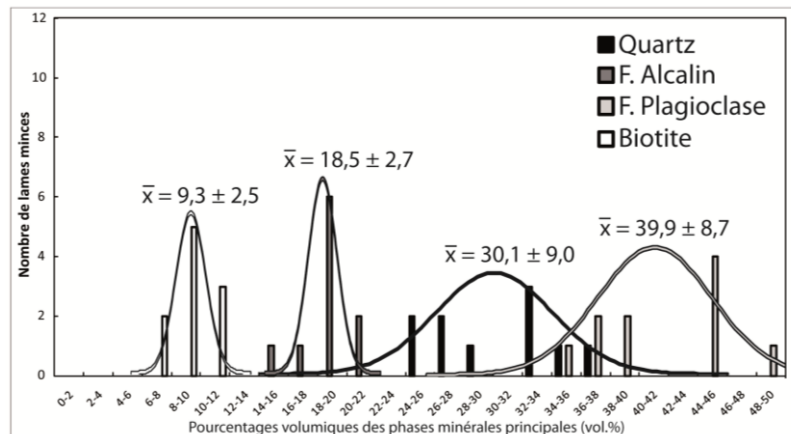


Fig. 37 : Histogrammes des pourcentages volumiques cumulés des phases minérales principales présentes dans le granit gris Silverstar du Tarn (valeurs moyennes et intervalle de confiance : $1,96 \times \sigma$; soit 95% de confiance pour une distribution gaussienne, σ = écart-type).

2.2. Caractérisation géochimique

2.2.1. Géochimie élémentaire

La caractérisation géochimique élémentaire est d'abord traitée globalement à l'échelle de la carrière puis nous détaillerons les différences des teneurs en éléments géochimiques des échantillons. Les échantillons issus de la carrière PLO Granit ont des compositions relativement homogènes en SiO_2 , Al_2O_3 , CaO , Na_2O , K_2O (Annexe AII-22 ; Fig. 38). Les gammes de variation de leurs teneurs sont réduites, en considérant les incertitudes sur les éléments majeurs (Annexe AII-21).

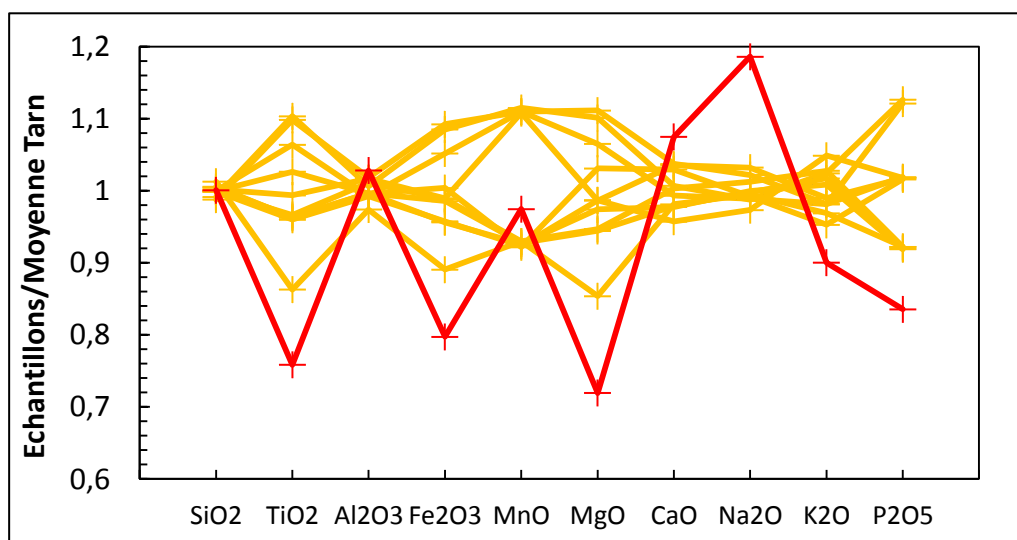


Fig. 38 : Spectres des compositions en éléments majeurs des échantillons du Tarn et de l'échantillon analogue commercial normalisés à la moyenne du granit gris Silverstar du Tarn. Légende voir Figure 36.

La pierre de construction Silverstar est une roche sub-alkaline, calco-alkaline (Annexe AII-45). Elle montre aussi des caractères fortement potassique et faiblement peralumineux (Fig. 39A et 39B). Elle se situe à la limite des champs des associations ferrifère et magnésienne (Fig. 39C) mais est clairement magnésienne au sens de Frost et al. (2001) et Frost et Frost (2008).

De la même manière que les teneurs en éléments majeurs varient peu, sur la figure 40, nous pouvons observer que la pierre de construction Silverstar est relativement homogène en composition des éléments traces à l'échelle de la carrière. Les variations des teneurs de la plupart des éléments traces sont inférieures à l'incertitude associée à chaque élément (Annexe AII-21).

L'homogénéité chimique à l'échelle de la carrière est cependant relative. En effet, l'échantillon PLO2.2 apparait plus pauvre en Al_2O_3 (14,37 wt.%) et en MgO (0,55 wt.%) que les autres échantillons de la carrière (14,65-15,03 wt.%, 0,61-0,72 wt.%, respectivement ; Annexe AII-22). Il apparait aussi toujours plus pauvre en Co, Ga, La, Nd, Nd, Rb, Sm, Sr, Tb, Th, V, Y, Zn et Zr (Annexe AII-28). De même, quelques échantillons présentent des petites différences de teneurs en As (PLO2.1), Ba (PLO1.2 et PLO 2.3), Be (PLO2.1), et Cr (PLO2.3 ; Annexe AII-28) par rapport aux autres échantillons de la carrière.

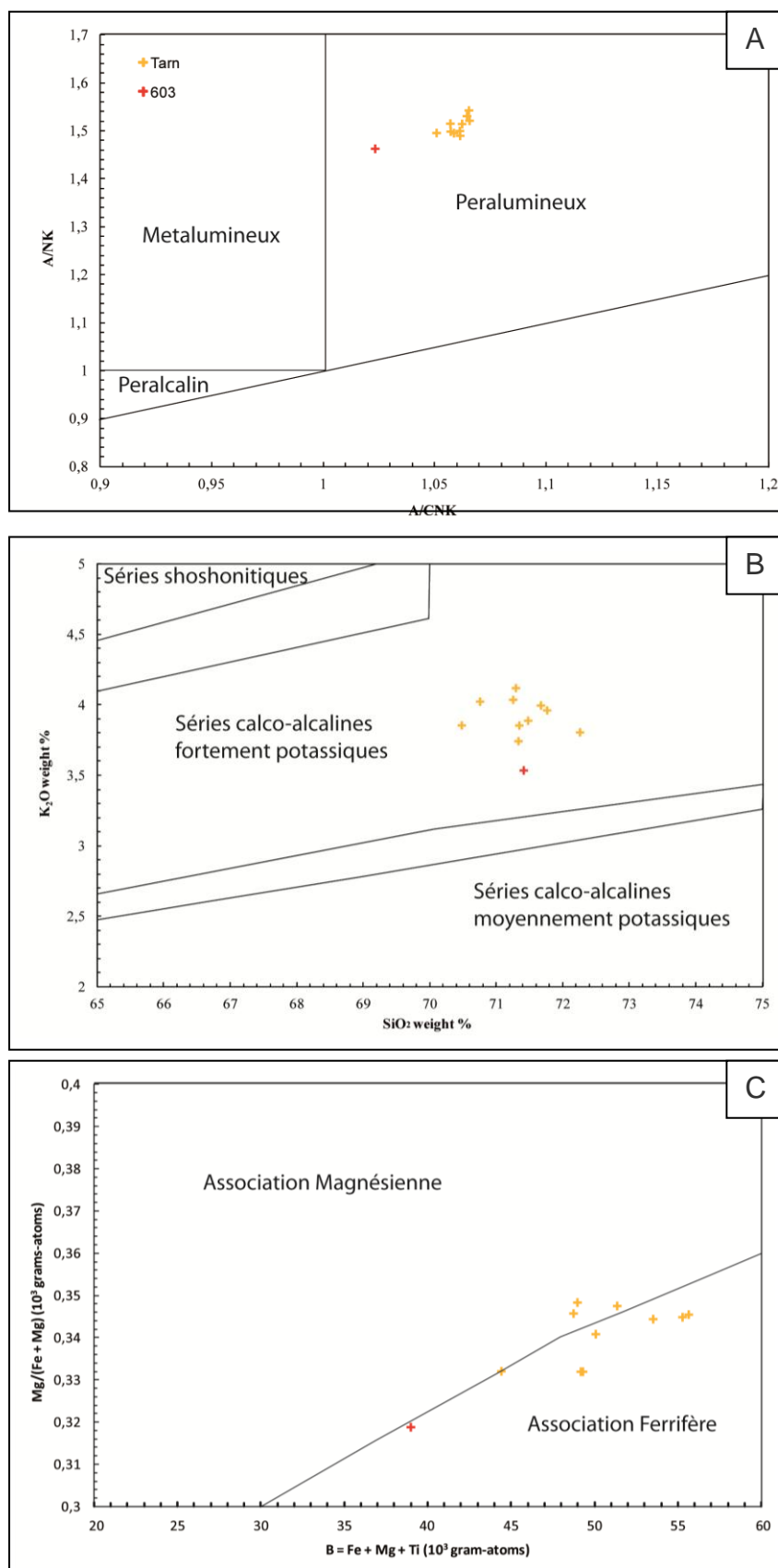


Fig. 39 : Caractéristiques chimiques en roche totale du granit gris Silverstar du Tarn et de l'échantillon 603. Les échantillons sont : (A) d'affinité peralumineuse (Maniar et Piccoli, 1989), (B) calco-alcalins fortement potassiques (Peccerillo et Taylor, 1976 ; Rickwood, 1989) et (C) situés entre les champs des associations ferrifère et magnésienne (Debon et Lefort, 1988). Légende voir Figure 35.

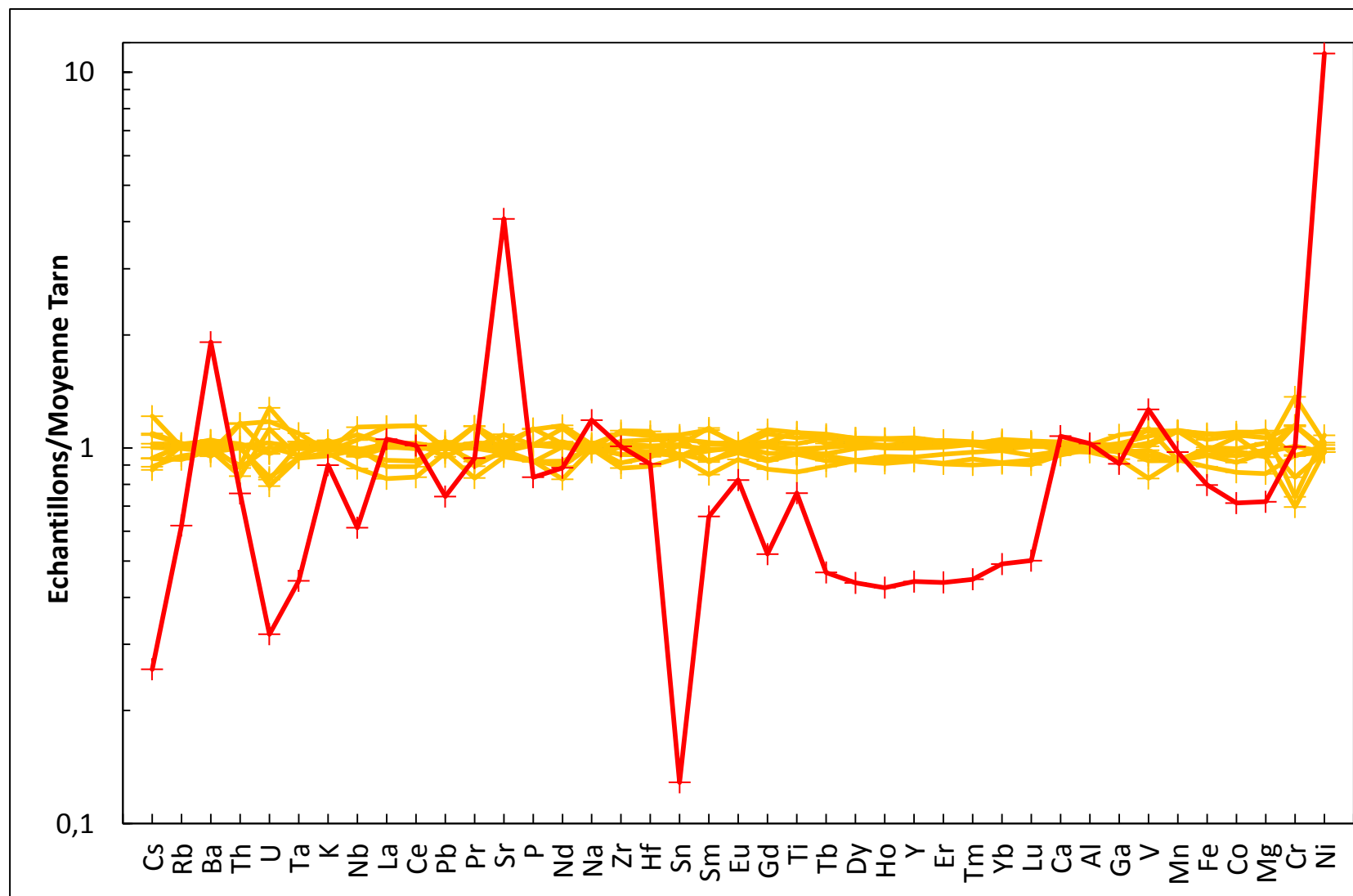


Fig. 40 : Spectres multi-élémentaires des compositions des échantillons du Tarn et 603 normalisés à la moyenne du granit gris Silverstar du Tarn. Légende voir Figure 36.

Les spectres de Terres Rares (TR) normalisés aux Chondrites apparaissent homogènes (Fig. 41). Aucun échantillon ne se distingue vraiment des autres. La teneur en La normalisée – $(La)_N$ – varie entre 81 et 112. Les spectres de TR apparaissent peu fractionnés avec un appauvrissement dans les Terres Rares lourdes et des valeurs de rapport $(La/Lu)_N$ comprises entre 7 et 9 (Fig. 41). Les spectres montrent aussi une anomalie négative marquée en Eu ($Eu/Eu^* = 0,59$).

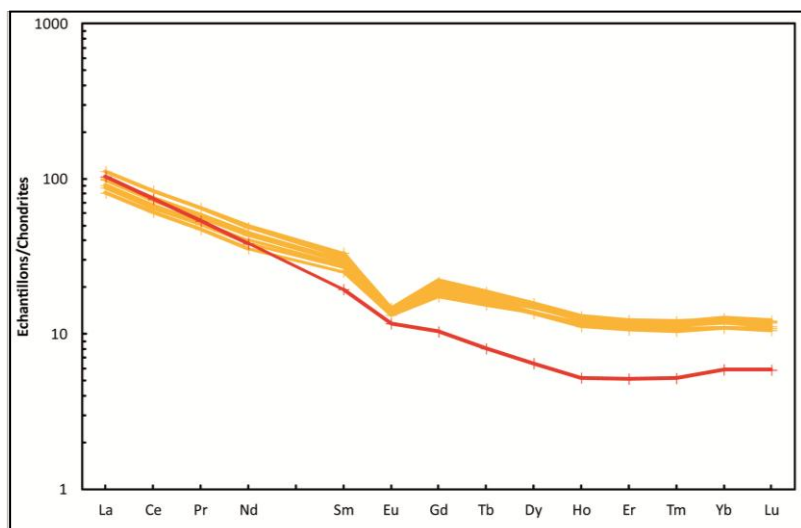


Fig. 41 : Spectres des Terres Rares normalisés aux Chondrites pour les échantillons du Tarn et pour l'échantillon 603. Valeurs de normalisation d'Evensen et al. (1978). Légende voir Figure 36.

2.2.2. Géochimie isotopique, Sr et Nd

Sur la figure 42, la pierre de construction Silverstar montre une composition isotopique homogène en Sr et Nd à l'échelle de la carrière. Les valeurs en $^{87}Sr/^{86}Sr$ sont comprises entre 0,724545 et 0,726476 et celles de $^{143}Nd/^{144}Nd$ entre 0,512202 et 0,512215 (Annexe AII-35).

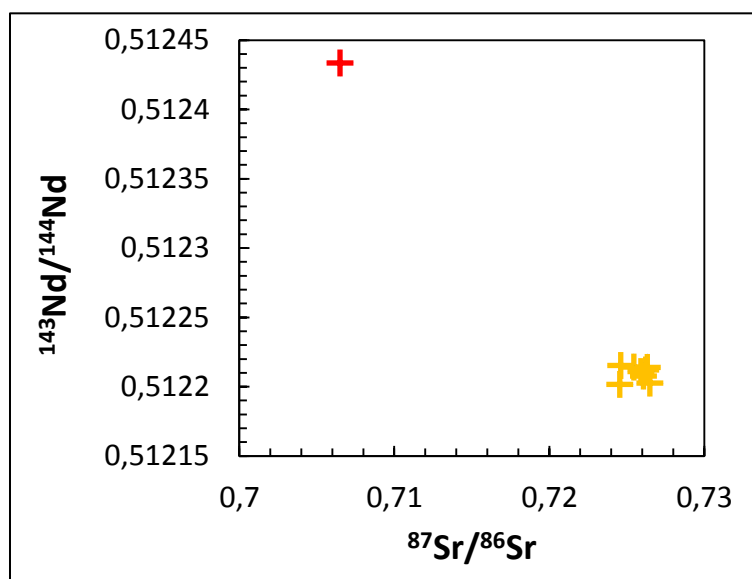


Fig. 42 : $^{87}Sr/^{86}Sr$ et $^{143}Nd/^{144}Nd$ pour les échantillons du Tarn et 603. Légende voir Figure 35.

2.3. Caractérisation magnétique

Les échantillons du Tarn possèdent une intensité d'Aimantation Rémanente Naturelle (ARN) variable ($1,53 \cdot 10^{-5} - 3,42 \cdot 10^{-4}$ A/m) et une susceptibilité magnétique χ faible ($5,6 - 18,5 \cdot 10^{-5}$ SI ; Fig. 43 et Annexe AIII-47). Seuls 5 échantillons du Tarn ont fait l'objet de mesures d'Aimantation Rémanente Isotherme (Annexe AIII-47; Fig. 44). Les valeurs du Champ Coercitif Rémanent (Hcr) et de l'Aimantation Rémanente à saturation (Jrs) varient entre 34,5-58,9 mT et $7,6 \cdot 10^{-3}$ - $4,9 \cdot 10^{-2}$ A/m, respectivement. L'échantillon PLO2.2 possède la plus forte valeur de Jrs (58,9 A/m). Les fabriques magnétiques sur 6 des échantillons du Tarn sont faibles, avec un rapport K_1/K_3 compris entre 1,02-1,03, et sont principalement définies par un ellipsoïde aplati avec des variations entre 1,00-1,02 pour K_1/K_2 et 1,01-1,03 pour K_2/K_3 (Annexe AIII-47 ; Fig. 45). Le granit du Tarn apparaît plus homogène sur l'ensemble de la carrière en anisotropie de susceptibilité magnétique qu'en ARN, χ , Jrs et Hcr (Fig. 43, 44, 45, 46).

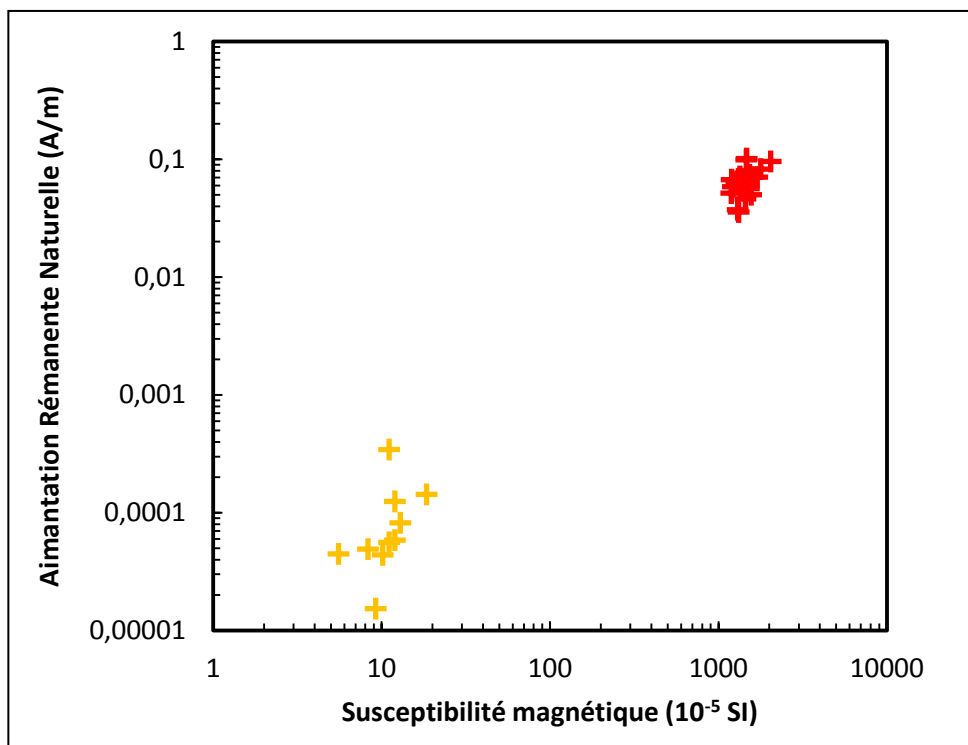


Fig. 43 : Susceptibilité magnétique (χ) versus Aimantation Rémanente Naturelle (ARN) pour les échantillons du Tarn et des spécimens pour l'échantillon 603. Légende voir Figure 35.

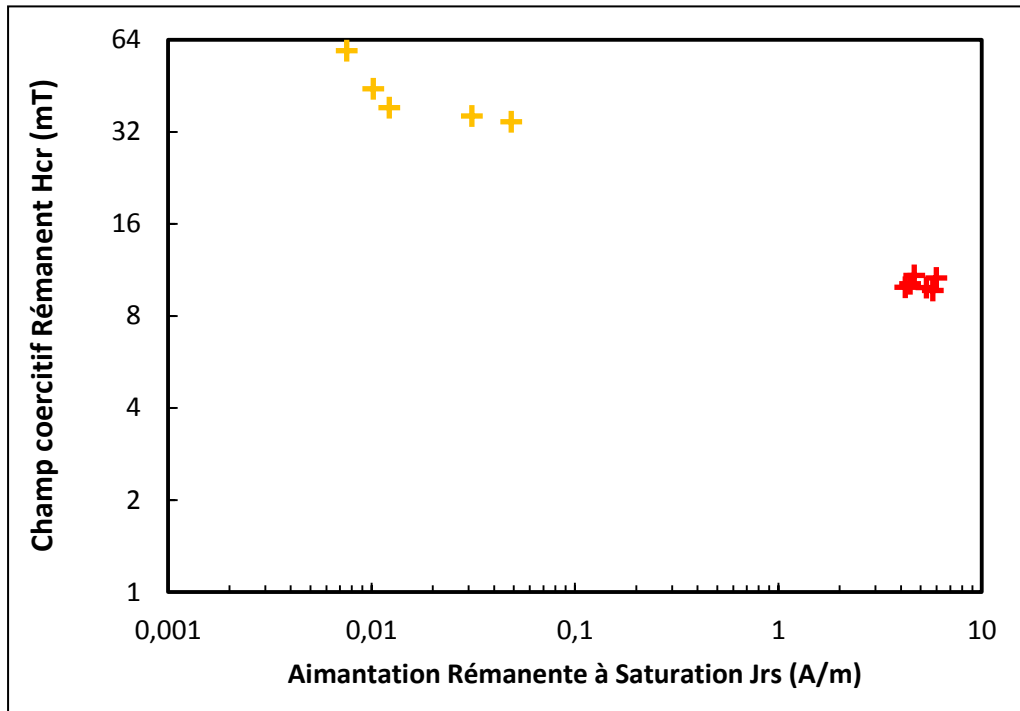


Fig. 44 : Aimantation Rémanente à Saturation (Jrs) versus Champ coercitif Rémanent (Hcr) pour les échantillons du Tarn et des spécimens pour l'échantillon 603. Légende voir Figure 35.

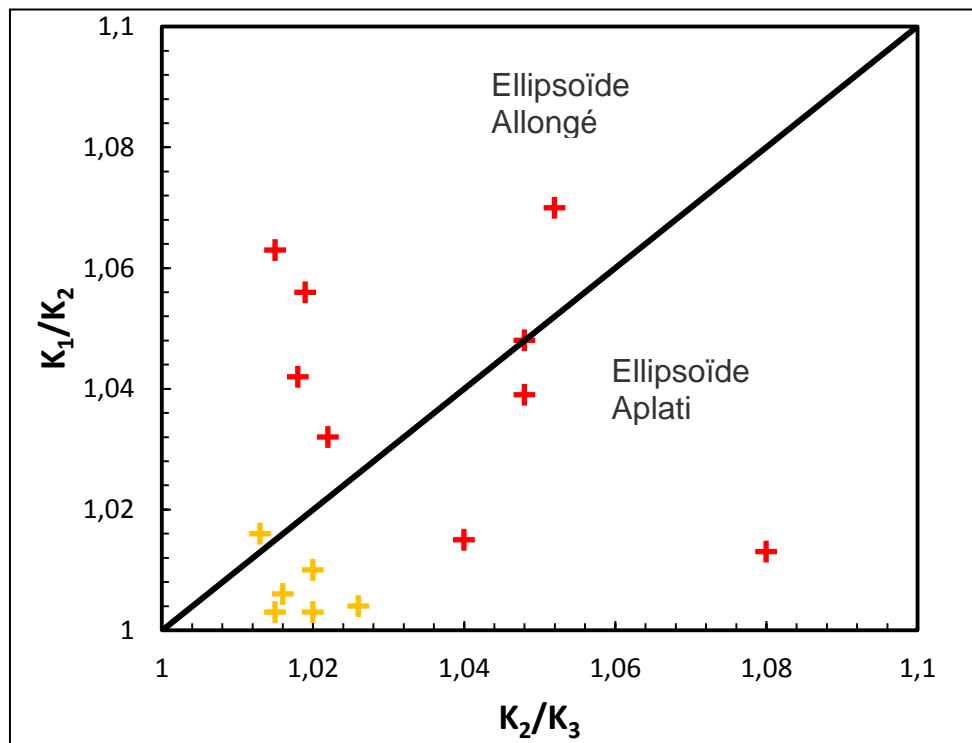


Fig. 45 : Anisotropie de susceptibilité magnétique (K_1/K_2 et K_2/K_3) pour les échantillons du Tarn et des spécimens pour l'échantillon de l'analogue chinois commercial du granit Silverstar. Légende voir Figure 35.

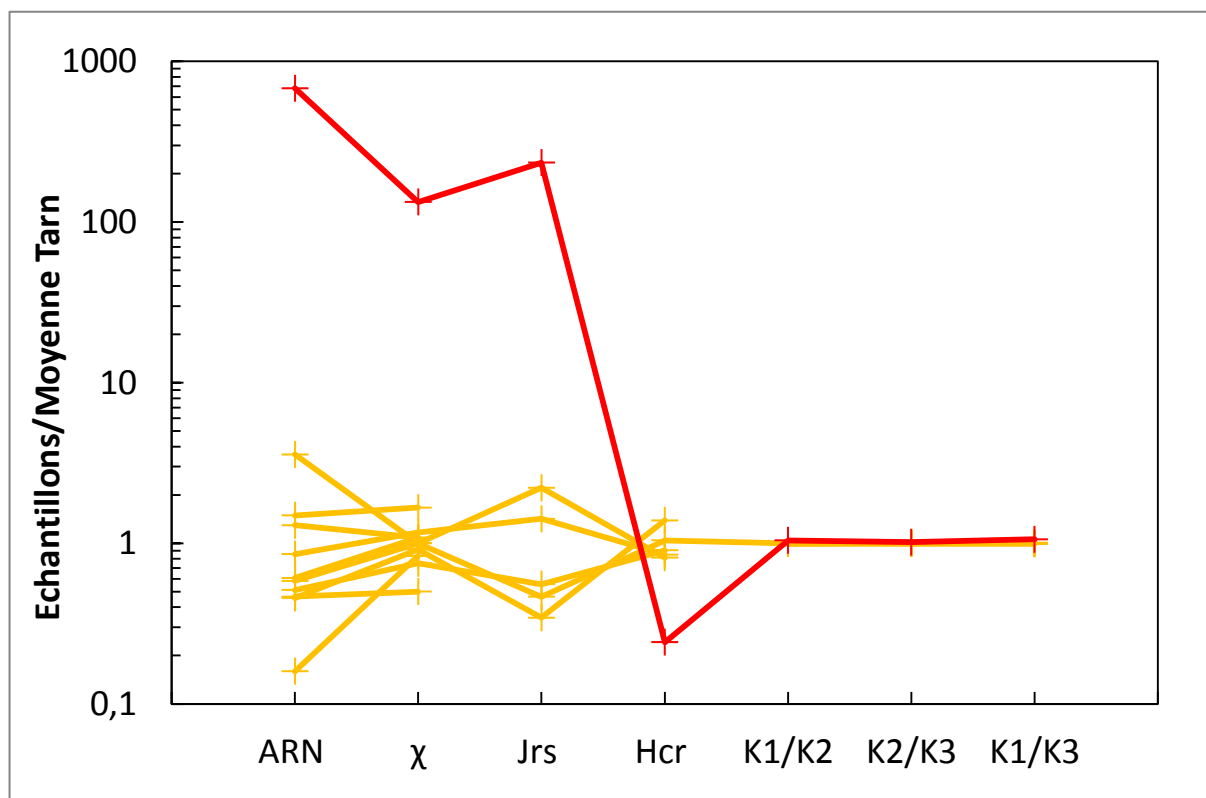


Fig. 46 : Spectres des propriétés magnétiques des échantillons du Tarn et 603 normalisés à la moyenne du granit gris Silverstar du Tarn. Légende voir Figure 36.

3. Variabilité à l'échelle de la carrière PLO Granit

Nous avons pu observer qu'à l'intérieur de la carrière PLO Granit les variables quantitatives (mode, composition géochimique, magnétisme) montrent deux types de comportements : (1) certaines variables montrent des gammes de variations de valeurs modérées. Compte tenu des incertitudes, les différences entre les valeurs extrêmes de la gamme de variations de ces variables ne sont pas significatives. C'est le cas entre autres des teneurs en feldspath alcalin, biotite, SiO_2 , Na_2O , Rb, Ba, Pb, Eu, ou encore du rapport K_1/K_2 . (2) D'autres variables, au contraire, montrent de larges gammes de variations. Pour certaines, les différences entre les valeurs extrêmes des gammes de variations sont supérieures aux incertitudes (e.g. teneurs en quartz, plagioclase).

En théorie, dans une intrusion, des hétérogénéités locales pétrologiques, géochimiques ou géophysiques peuvent être attendues pour plusieurs raisons. Par exemple, des ségrégations locales de cristaux dans un mélange magmatique, des interactions entre plusieurs magmas, ou des circulations localisées de fluides peuvent localement modifier des compositions des roches (e.g. Cobbing, 2000; Barbey, 2009). Selon les mécanismes de mise en place des magmas, les roches issues d'une même carrière peuvent présenter des propriétés magnétiques

différentes en fonction de la localisation de la carrière au sein de l'intrusion (e.g. ASM ; Bouchez et al, 1997). Par conséquent, en théorie il n'est pas totalement exclu que certaines de nos données indiquent une signature spécifique d'une partie de la carrière.

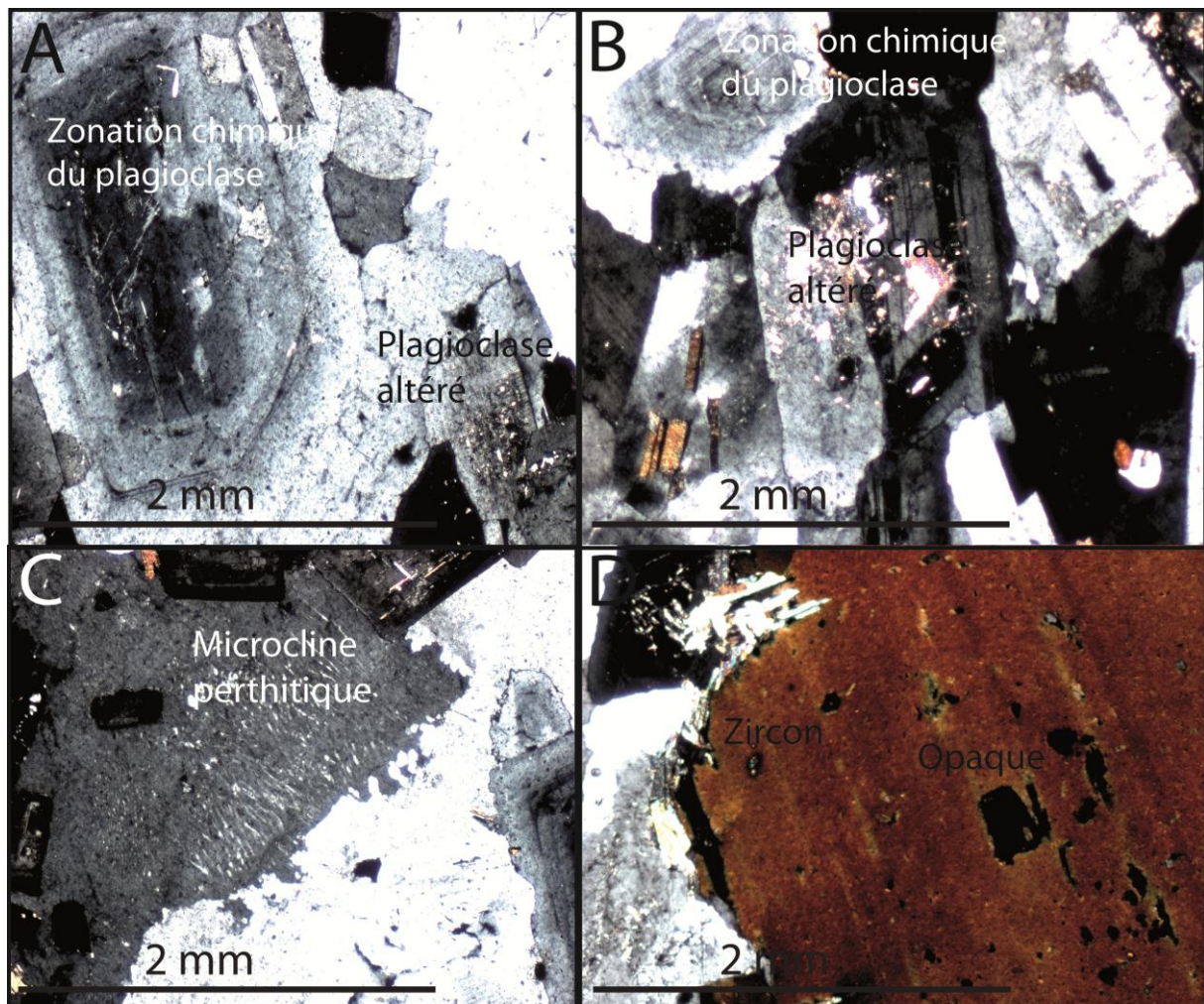
Sur le terrain, nous avons pu observer que des hétérogénéités locales existent sur l'ensemble du massif (enclaves, présence de litages compositionnels). De plus, concernant la carrière PLO Granit qui est localisée à proximité du contact intrusif, la faille E-W et le réseau de fractures N160 constituent des hétérogénéités internes pouvant peut-être expliquer certaines différences. Il est cependant nécessaire avant de discuter de l'origine potentielle des différences observées d'un échantillon à l'autre dans la carrière de tenir compte des incertitudes associées aux variations. Nous avons pu observer que certains échantillons (par exemple PLO1.2, PLO1.3) sont plus riches en quartz et plus pauvres en feldspath plagioclase que d'autres échantillons (par exemple, PLO1.1, PLO2.2). Quelques échantillons (PLO 1.2, PLO 2.1 et PLO 2.3) montrent des petites différences dans leurs proportions en As, Be, et Cr. De plus, l'échantillon PLO2.2 apparaît toujours plus pauvre en Al_2O_3 , MgO, Co, Ga, La, Nd, Nd, Rb, Sm, Sr, Tb, Th, V, Y, Zn et Zr. Il possède aussi la plus forte valeur de Jrs. Cependant, étant donné les incertitudes associées à chaque variable (Annexe AI-9, AII-21, AII-34, AIII-46) à l'échelle de cette carrière, toutes ces petites différences ne sont pas significatives. Ce sont toutes des variables de cas C (Fig. 10, *Chapitre Caractérisation d'une pierre de construction*), c'est-à-dire non discriminantes car elles possèdent des valeurs en recouvrement. Donc, cette pierre de construction est homogène entre les différents niveaux de sa carrière. Il n'est donc pas possible d'assigner une provenance géographique précise à cette pierre de construction, à l'intérieur de la carrière, même si quelques variables se comportent comme des cas B (quartz et plagioclase modaux).

Grâce à cet exemple de caractérisation du granit gris Silverstar du Tarn, nous pouvons conclure que cette pierre de construction est relativement homogène à l'échelle de la carrière d'où les échantillons ont été extraits. Les caractéristiques modales, géochimiques (élémentaires et radiogéniques), et magnétiques du granit gris Silverstar du Tarn présentées ici nous permettront d'établir sa fiche d'identité (Partie III, Chapitre 7). Nous allons maintenant présenter les caractéristiques de la pierre d'origine étrangère commercialement équivalente au granit gris Silverstar du Tarn, puis comparer ces caractéristiques avec celles du granit du Tarn en faisant ressortir les « traceurs » permettant de les distinguer.

4. Caractérisation et comparaison du granit commercial chinois 603, équivalent du granit gris Silverstar du Tarn

4.1. Comparaison pétrographique

L'échantillon 603 est une roche grise-blanche, hétérogranulaire (les tailles de grains varient d'environ 1 cm pour les plus gros feldspaths à 3 mm pour les biotites ; Fig. 34). Macroscopiquement, le quartz gris et les lamelles noires de biotite se détachent nettement parmi les feldspaths plus clairs. A noter que cet échantillon de provenance étrangère possède peu ou pas d'enclaves. Au microscope, la composition minéralogique est granitique : plagioclase sub-automorphe à automorphe, zoné (oligoclase) et altéré (damourite, Planche II, Photos A et B), quartz xénomorphe, feldspath alcalin (microcline perthitique à tendance poecilitique ; Planche II, Photo C) et biotite chloritisée brune à verdâtre avec inclusions de zircons, minéraux opaques et d'apatites (Planche II, Photos D et E). Des bourgeons de myrmékitite sont présents (Planche II, Photo F).



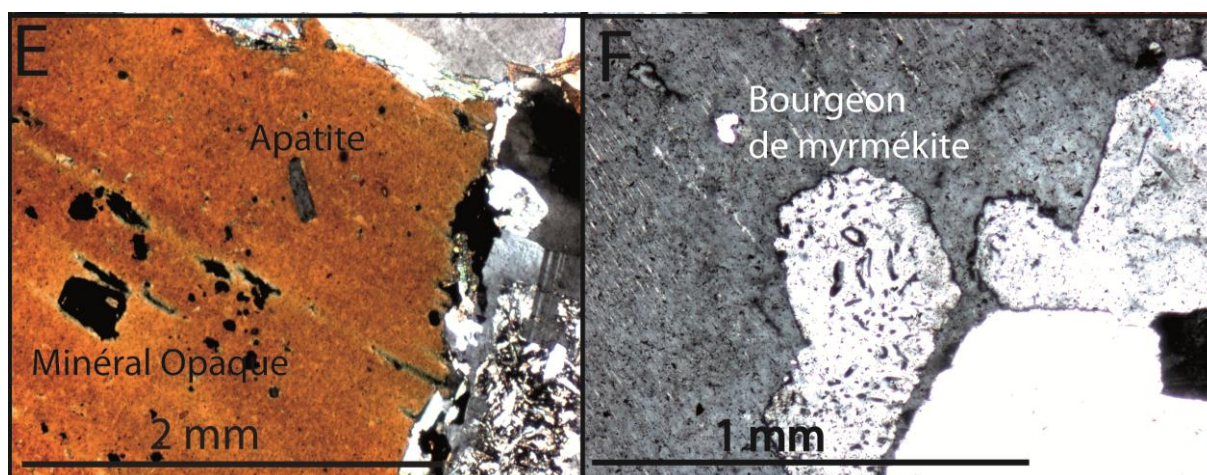


Planche II : Photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur la lame mince du granit analogue commercial 603 en LPA. (A & B) Zonation chimique et altération du feldspath plagioclase, (C) Microcline perthitique, (D & E) Minéraux accessoires : apatite, zircon, minéraux opaques et (F) Bourgeon de myrmékite.

Le mode de l'échantillon 603 atteste d'une composition monzogranitique, avec un rapport $P / (P+A)$ égal à $63,9 \pm 0,2$ (Fig. 35 ; Annexe AI-15). La composition moyenne (double analyse sur la même lame, Annexe AI, Partie 2.2) du granit gris 603 est: quartz = $27,0 \pm 0,4$ vol%, feldspath alcalin = $23,2 \pm 0,1$ vol%, feldspath plagioclase = $41,2 \pm 0,4$ vol%, biotite = $8,4 \pm 0,1$ vol% et accessoires = $0,3 \pm 0,1$ vol%. Qualitativement, l'échantillon 603 possède quasiment les mêmes caractéristiques macroscopiques (couleur, taille de grain) et microscopiques (mêmes natures de minéraux) que les échantillons du granit gris du Tarn. Cependant, l'échantillon 603 peut être distingué quantitativement de la population de référence du Tarn par sa composition (monzogranitique pour 603 et granodioritique pour le Tarn). Corrélativement, en tenant compte des incertitudes, il est plus riche en feldspath alcalin ($23,2 \pm 0,1$ vol.%) que la plupart des échantillons du Tarn (au plus bas 15,5 vol.% ; Fig. 35, 36). Cependant, compte tenu des incertitudes sur les modes, la proportion de feldspath alcalin des échantillons du Tarn les plus riches en feldspath alcalin (~ 20 vol.%) n'est pas distincte de celle de l'échantillon 603. Donc, la variable « proportion de feldspath alcalin » est une variable partiellement discriminante (cas B ; Fig. 10).

4.2. Comparaison géochimique

Comme son analogue commercial français, l'échantillon 603 correspond à une roche sub-alcaline, calco-alcaline (Annexe AII-45). Il montre aussi des caractères fortement potassiques et faiblement peralumineux (Fig. 39A et 39B). Il se situe également à la limite des associations ferrifère et magnésienne (Fig. 39C) mais est clairement magnésien au sens de

Frost et al. (2001) et Frost et Frost (2008). Aucun de ces caractères n'est donc discriminant entre les deux pierres analogues commercialement mais de provenance différente.

En tenant compte des erreurs, les teneurs en SiO_2 , MnO , Na_2O , K_2O et en P_2O_5 sont similaires pour les deux analogues commerciaux (cas C, Fig. 10 ; Fig. 38, 39). L'échantillon 603 est cependant significativement moins riche en Fe_2O_3 (1,97 wt.%) que tous les échantillons du Tarn (2,20 – 2,70 wt.% ; Annexes AII-22, AII-26, Fig. 19, 20). Cette variable se comporte comme une variable de cas A, totalement discriminante (Fig. 10). Pour les trois autres éléments majeurs (TiO_2 , Al_2O_3 , MgO), l'échantillon 603 est significativement différent de certains échantillons du Tarn (variables de cas B, Fig. 10 ; Fig. 38, 39). Par exemple, l'échantillon 603 est plus riche en Al_2O_3 (15,18 wt.%) que les échantillons du Tarn possédant une valeur proche de l'extrémité minimale de la gamme de variation en Al_2O_3 (~ 14,37 wt.%).

L'échantillon 603 possède des teneurs semblables en Terres Rares légères que celles des échantillons du Tarn (cas C, Fig. 10 ; Fig. 41). Le spectre de Terres Rares normalisé aux chondrites montre une anomalie négative en Eu significativement plus faible avec un rapport Eu/Eu^* égale à 0,82 (contre en moyenne 0,59 pour le granit du Tarn). De plus, l'appauvrissement en Terres Rares lourdes de l'échantillon 603 est plus fort que celui observé dans les échantillons du Tarn (Fig. 41). La forme des spectres permet la distinction.

Certains éléments en traces de l'échantillon 603 ont des teneurs qui entrent dans les gammes de celles des échantillons du Tarn (As, Be, Ce, Co, Cr, Hf, In, La, Mo, Nd, Pr, Sb, W et Zr ; Annexes AII-28, AII-32, Fig. 40). Ces éléments sont tous des variables de type C (Fig. 10). Quelques teneurs en éléments en traces de l'échantillon 603 peuvent être significativement différentes de celles de certains échantillons du Tarn (variables de cas B, Fig. 10). Il s'agit des éléments qui possèdent des teneurs proches de la borne supérieure de la gamme de variation (Cd, Ga, Th) ou de la borne inférieure de la gamme de variation (V ; Fig. 40). Toutes les valeurs des autres éléments en traces diffèrent significativement de celles des échantillons du Tarn ; l'échantillon 603 est plus riche en Ba, Cu, Ni, Sr et Zn et plus pauvre en Bi, Cs, Dy, Er, Eu, Gd, Ge, Ho, Lu, Nb, Pb, Rb, Sm, Sn, Ta, Tb, Tm, U, Y et Yb (variables de cas A, Fig. 10 ; Fig. 40).

Enfin, le rapport $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ de l'échantillon 603 est beaucoup plus faible (0,706489) et le rapport $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ est beaucoup plus élevée (0,512433) que ceux du granit du Tarn

(respectivement, 0,724545 à 0,726476 et 0,512202 à 0,512215 ; Fig. 42). Les variables isotopiques sont donc également discriminantes (cas A).

4.3. Comparaison magnétique

Sur 10 spécimens, l'échantillon 603 possède des valeurs significativement plus élevées d'ARN ($3,55.10^{-2} - 1,01.10^{-1}$ A/m) et de χ ($1190.10^{-5} - 2050.10^{-5}$ SI ; Annexes AIII-47, AIII-51 ; Fig. 43, 46) que celles observées dans les échantillons du Tarn. Ces valeurs indiquent que les minéraux magnétiques sont plus abondants ou de natures différentes par rapport aux échantillons du Tarn. Cet échantillon 603 a des valeurs significativement plus élevées de J_{rs} (4,21 – 5,98 A/m) mais plus faibles de H_{cr} (9,89 – 10,8 mT) que les échantillons du Tarn (Fig. 44, 46). Toutes ces variables citées précédemment sont discriminantes, et donc représentatives d'un cas A (Fig. 10). Enfin, l'échantillon 603 présente une anisotropie magnétique plus élevée et plus variable (ellipsoïde aplati/allongé ; 1,01-1,09 pour K_1/K_2 ; 1,01-1,08 pour K_2/K_3 et 1,05-1,13 pour K_1/K_3 ; Fig. 26, Fig. 27).

A noter que seule une observation de terrain des carrières étrangères exploitant cette roche aurait permis de savoir, par exemple, en quelles quantités sont présentes les enclaves dans ces roches et donc, le cas échéant, de les décrire. De même, nous ne possédons qu'un seul échantillon de cette pierre de construction. Les variations modales, géochimiques et magnétiques de la pierre de construction 603 ne sont donc pas connues et donc pas contraintes.

Conclusions :

Grâce à cet exemple de caractérisation du granit gris Silverstar du Tarn, nous pouvons conclure que cette pierre de construction est homogène à l'échelle de la carrière PLO Granit.

La comparaison des caractéristiques de la pierre de construction française de référence, Tarn, avec celles de la pierre d'origine étrangère, 603 (Chine), fait ressortir les traceurs totalement ou partiellement discriminants dans la comparaison Tarn versus 603 :

- traceurs minéralogiques (composition modale en particulier le pourcentage de feldspath alcalin)
- traceurs géochimiques (certains éléments majeurs, beaucoup d'éléments en traces, isotopes)
- traceurs magnétiques (toutes les propriétés magnétiques mesurées)

Dans ce cas de comparaison, nous avons observé que l'analyse modale, utilisée seule, n'est pas systématiquement discriminante pour différencier cette pierre de construction de son analogue commercial étranger. Au contraire, quelques données chimiques (e.g. Fe_2O_3 , spectres des Terres Rares, Ba, Cu, Ni,...) et/ou magnétiques (e.g. Hcr, ARN,...) se sont révélées discriminantes.

En conclusion, faire la différence d'une pierre de construction de type Silverstar du Tarn dans le cadre d'une comparaison avec un échantillon 603 est possible (Fig. 28).

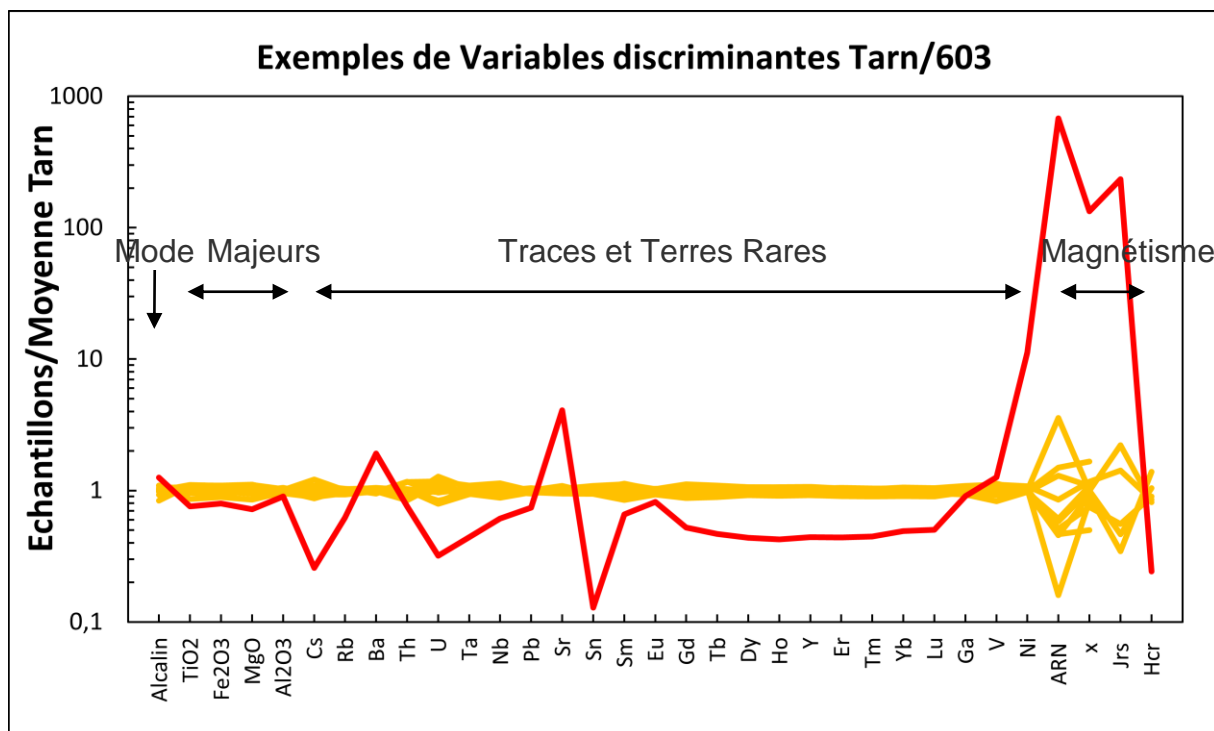


Fig. 47 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le granit Silverstar du Tarn (en jaune) et l'échantillon de l'analogue commercial chinois, 603 (en rouge).

Chapitre 2.
Le granit rose
de La Clarté

La démarche suivie ici est similaire à celle présentée dans le chapitre précédent. Ce chapitre permet d'étudier la possibilité d'une caractérisation modale, géochimique et magnétique de la pierre de construction de La Clarté à l'échelle de plusieurs carrières situées dans une même unité géologique d'une intrusion composite (échelle d'une « intrusion commercialisée »). Deux échantillons, dont la provenance est « incertaine » pour l'un, mais supposés être du granit de La Clarté (ou lui ressembler), et connue pour l'autre, ont été aussi caractérisés et comparés au granit rose de La Clarté afin de tester notre caractérisation et, potentiellement, d'en retrouver la provenance. Nous présenterons aussi les caractéristiques de la pierre d'origine étrangère commercialement équivalente au granit gris de La Clarté, puis nous comparerons ses caractéristiques avec celles du granit de La Clarté afin de mettre en évidence les variables discriminantes entre ces deux pierres de construction analogues commercialement.

1. Introduction

Le granit de La Clarté est extrait dans la commune du même nom située dans le bassin granitier du massif de Ploumanac'h, dans les Côtes d'Armor (Bretagne). La région Bretagne est la deuxième zone d'extraction de granit (après la région Midi-Pyrénées) avec une extraction correspondant à 32% des blocs bruts équarris produits en France (données de rapport non publié du UNICEM-SN-ROC, 2010). Le chiffre d'affaires des 88 entreprises travaillant dans la branche « Pierre, Marbre, Granit » en Bretagne était de 110 M€ en 2010 (UNICEM-SN-ROC, 2010). Le département des Côtes d'Armor est le troisième exploitant de pierres de construction derrière l'Ille-et-Vilaine et le Finistère, avec un chiffre d'affaires d'environ 148 000€ (UNICEM-SN-ROC, 2009). Il est actuellement le lieu d'exploitation de trois types principaux de granit : le granit de Languédias, le granit de Pleumeur Bodou et le granit rose de La Clarté, proche de Perros-Guirec dans le massif de Ploumanac'h (notre cible ; Fig. 2 dans *Introduction*).

Le bassin granitier de Ploumanac'h produit de l'ordre de 8 à 10 000 tonnes par an de blocs équarris. Cela représente environ 10% de la production française. Il exploite l'intrusion composite de Ploumanac'h, constituée de plusieurs unités géologiques emboîtées (Barrière, 1976, 1977, Fig. 13 *Contextes géologiques et d'exploitation*). La première unité géologique de l'intrusion, qui nous intéresse ici, puisqu'elle renferme la pierre de construction de notre étude de La Clarté, est actuellement la seule et dernière zone d'extraction de pierres de construction du massif de Ploumanac'h. D'autres exploitations existaient auparavant sur l'ensemble du massif de Ploumanac'h et exploitaient plusieurs variétés de granits de construction issus des différentes unités géologiques (cf. *Contextes Géologiques et d'exploitation*). La première unité géologique est elle-même composite et renferme quatre faciès dont le faciès dit « de la Clarté » d'où est extraite la pierre du même nom. Les autres

faciès de cette unité sont : le granite de Traouiéros (1b), les roches mafiques et intermédiaires (1c) et le faciès de transition (1d) entre les deux granites à gros grains de la Clarté et du Traouiéros (Barrière, 1977). Le faciès Traouiéros est macroscopiquement assez peu distinct de celui de la Clarté, il en sera également question dans la suite de ce chapitre.

Les ouvrages réalisés en granit rose de La Clarté sont innombrables, en voici quelques exemples : dallage et revêtement de façade de la Tour Stevenson à San Francisco, de la Banque Royale Belge à Bruxelles, du tunnel du Louvre à Paris, des aménagements urbains à Brest ou à Paris, des sculptures et des monuments funéraires et de commémorations (Chauris, 1993).

L'échantillonnage du granit rose de La Clarté a été effectué dans cinq carrières appartenant à trois entreprises (Fig. 48) : la Générale du Granit, Hignard Granit et Rébellion Granit. Parmi les cinq carrières étudiées, une appartient à la Générale du Granit, trois à Hignard Granit et une à Rébellion Granit (Fig. 48). La société Hignard possède le groupe de carrière identifié « Société Armoricaire du Granit (SAG) » sur la carte. Ces cinq carrières constituent nos carrières cibles pour la caractérisation du granit de La Clarté puisqu'actuellement elles exploitent uniquement cette variété.

Il y a quelques années, des travaux d'agrandissement de la carrière de la Générale du Granit (BGP anciennement GAD) ont mis en évidence un superbe granite orbiculaire formant des amas plurimétriques de « globules » et disséminés au sein du granit rose « normal ». Chaque amas est formé par d'innombrables orbicules ovoïdes (diamètre entre 10 à 30 cm) constitués d'un cœur et d'une enveloppe feldspathique dans une matrice à texture aplitique (Fig. 48 ; Chauris, 1991 ; 1993 ; Decitre, 2002). Les stocks de blocs équarris extraits dans la variété de granit orbiculaire de La Clarté sont aujourd'hui presque épuisés. Cette variété, avec son caractère aussi spectaculaire qu'exceptionnel, a participé à la renommée nationale et internationale du granit rose de La Clarté. Cependant, ce faciès n'est pas l'objet de notre étude.

Quelques autres particularités ont pu être observées dans les carrières du granit rose de La Clarté : des filons pegmatitiques caractérisés par la présence de gros cristaux d'orthose, des filons mafiques et porphyriques incluant des cristaux d'orthose et des schlierens (hétérogénéites de formes irrégulières sombres, riches en minéraux mafiques dans des roches plutoniques et qui diffèrent dans leur composition par rapport à la masse principale de roche dans lesquelles on les trouve, Fig. 49).

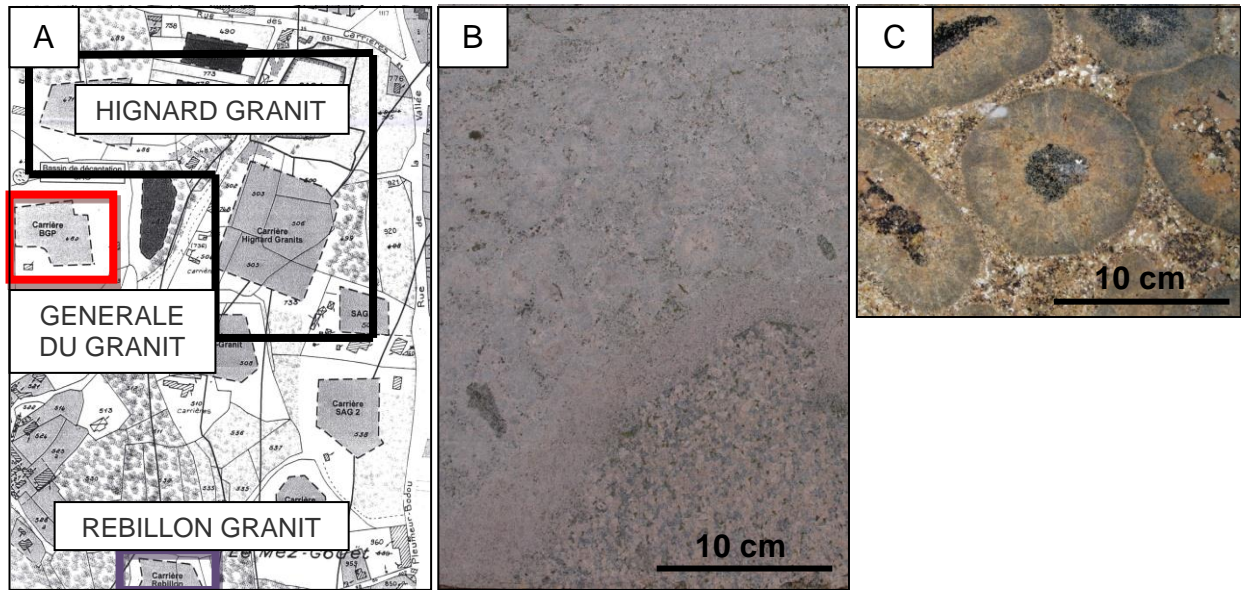


Fig. 48 : (A) Plan du site des carrières exploitant le granit rose de La Clarté (source : SAG1), (B) Photo du faciès du granit orbiculaire de La Clarté extrait de la carrière de la Générale du Granit. Nous pouvons observer le changement rapide de faciès entre le faciès granit de La Clarté à son faciès orbiculaire par un liseré aplito-pegmatitique de quelques centimètres (Chauris, 1993), (C) Faciès du granit orbiculaire de La Clarté coupé en tranche très fine (presque transparente) et polie.

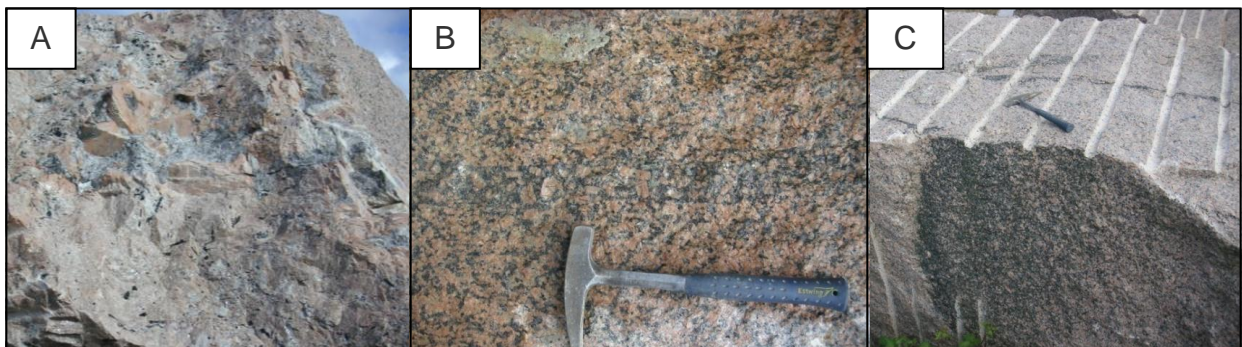


Fig. 49 : (A) Filon pegmatitique (présence de très gros cristaux d'orthose, par exemple) dans la carrière SAG1, (B) Filon mafique et porphyrique, (C) litage modal.

Il existe aussi des hétérogénéités de densité des enclaves. Celles-ci (microgrenues mafiques) sont totalement absentes dans certaines zones des carrières et plus abondantes dans d'autres. Ces particularités dans le granit de La Clarté ne constituent pas les principaux faciès commerciaux du granit rose de La Clarté ; elles ne sont pas les plus répandues sur le marché. Nous avons donc échantillonné le faciès le plus commercialisé, le granit rose de La Clarté sans considérer ses hétérogénéités. 8 échantillons ont été collectés directement sur quelques fronts de taille des différentes carrières (Fig. 50). Notre échantillonnage est considéré comme étant suffisant pour être représentatif de la pierre de construction commercialisée et couvrir sa potentielle variabilité sur l'ensemble de la zone d'exploitation.

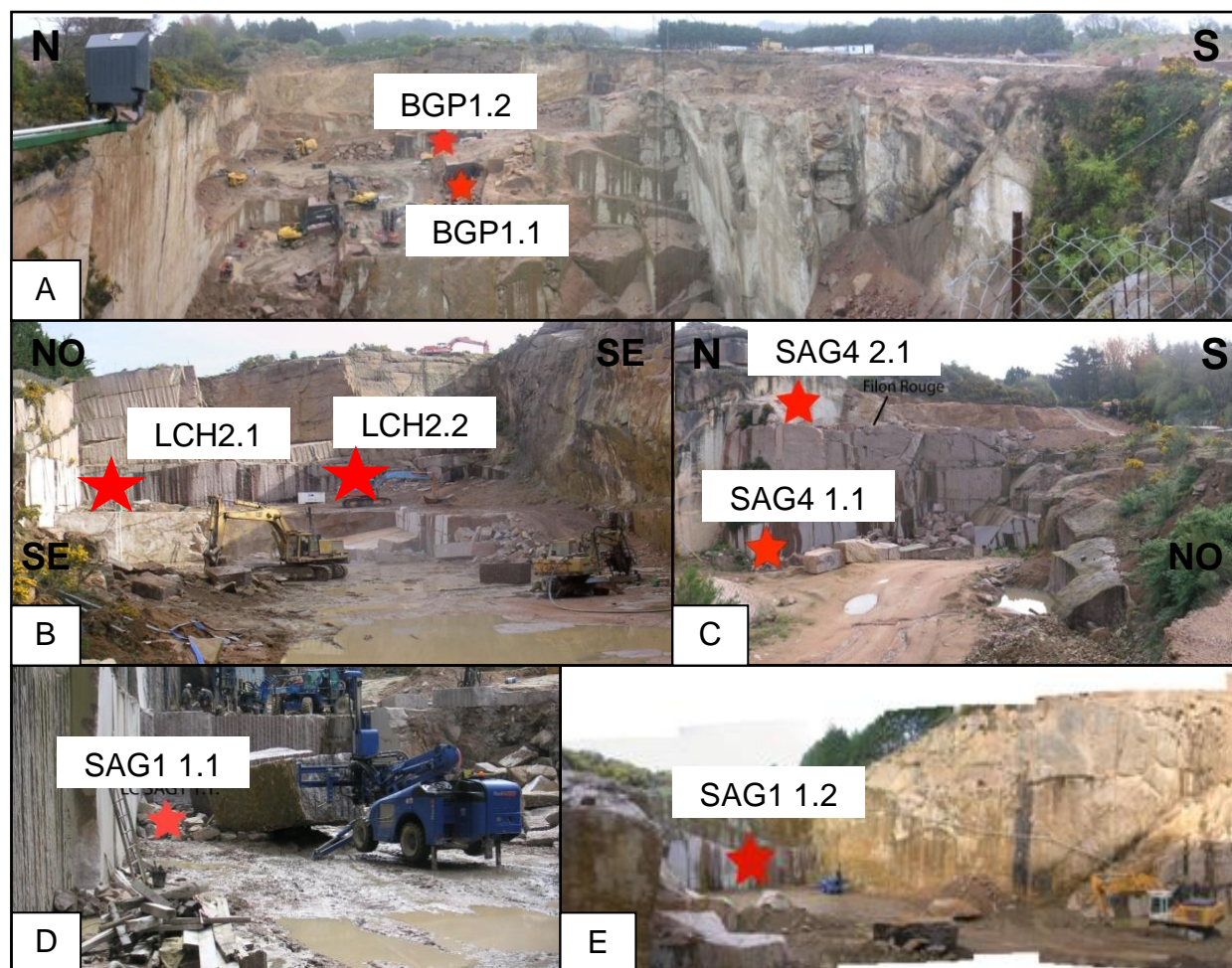


Fig. 50 : (A) Panorama de la carrière de la Générale du Granit (échantillons nommés BGP), (B) Panorama de la carrière d'Hignard Granit (échantillons nommés LAH), (C) Panorama de la carrière SAG4 (échantillons nommés SAG4) et (D & E) Panorama de la carrière SAG1 (échantillons nommés SAG1). Les étoiles correspondent à l'emplacement des prélèvements d'échantillons.

2. Caractérisation du granit rose de La Clarté

2.1. Caractérisation pétrographique

2.1.1. Description macroscopique et microscopique

Le granit rose de la Clarté est un granite hétérogranulaire à gros grain (2 mm à 2 cm) de couleur rose à rouge vif. Basé sur la variation apparente de la quantité de feldspath plagioclase (Fig. 51), deux dénominations commerciales du granit rose de La Clarté sont distinguables en carrières : (1) le type « Point Blanc » qui contient du feldspath plagioclase (échantillons BGP1.1, LCH 2.1, SAG1 1.1, SAG4 1.1.) et (2) le type « rouge », moins riche en feldspath plagioclase (échantillons BGP1.2, LCH2.2, SAG1 1.2 et SAG4 2.1). Ces deux types représentent deux extrémités de gammes de qualité du granit rose de La Clarté. Ils ne sont pas localisés dans une partie précise d'une carrière ou de la zone d'extraction (Fig. 50).

Ce n'est pas un même palier ou une même zone dans la carrière qui fournit un des deux faciès commerciaux précis.

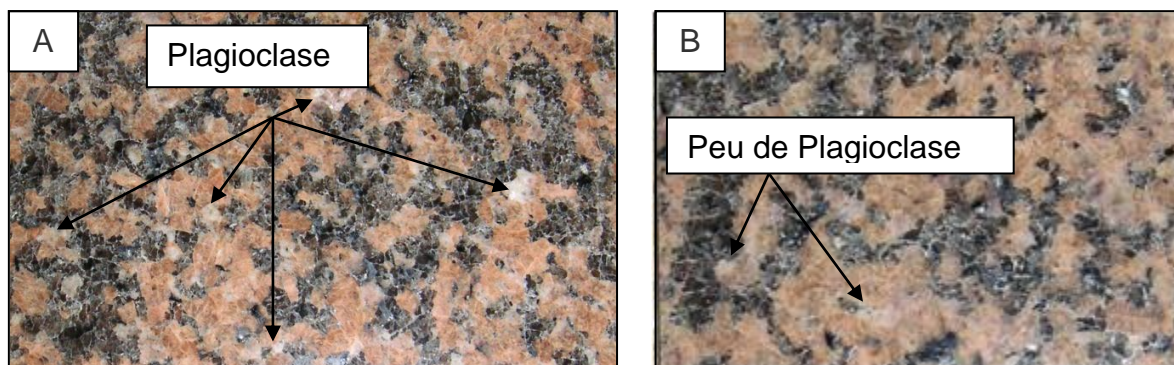


Fig. 51 : Deux dénominations commerciales de granit rose de La Clarté selon la quantité de feldspath plagioclase (Carrière Générale du Granit). (A) Type Point Blanc, (B) Type rouge.

Le contenu minéralogique du granit de La Clarté est classique pour un granite : quartz, feldspath alcalin (microcline perthitique), plagioclase, biotite et rares hornblendes (Fig. 52). Qualitativement, aucune distinction visuelle n'est apparue lors de l'étude microscopique des lames minces des échantillons « Point Blanc » et « rouge », mise à part la variation apparente de la quantité de feldspath plagioclase.

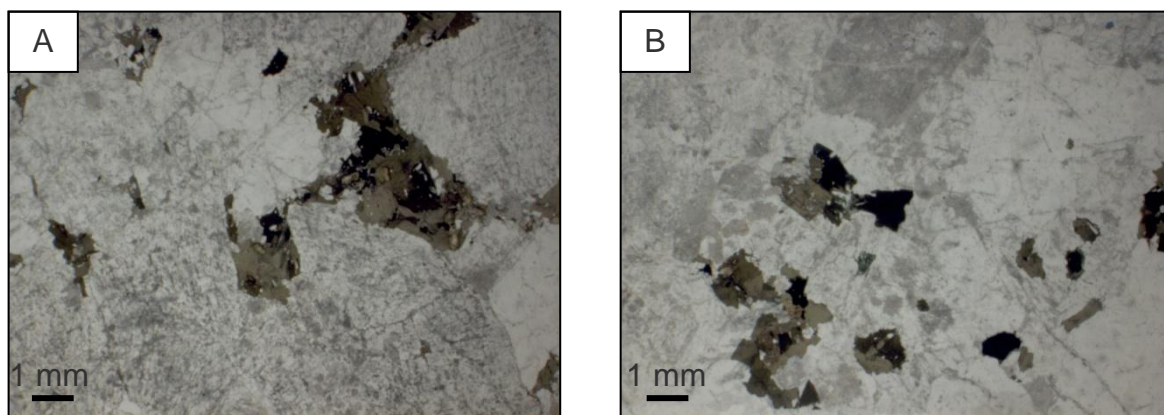


Fig. 52 : Photographie montrant l'aspect des lames minces sous la loupe binoculaire (A) de l'échantillon BGP1.2 du granit de La Clarté et (B) de l'échantillon Porriño, analogue commercial espagnol du granit de La Clarté.

Les planches III et IV illustrent les principaux minéraux présents dans ce granit. Le feldspath alcalin (microcline) est toujours perthitique (Planche III, Photos A, B, C, D, E, G et F). Le microcline est xénomorphe, avec la macle de Carlsbad fréquente. Le quartz est xénomorphe. Il se compose de grandes plages polycristallines. A l'échelle d'une carrière, nous avons pu observer des cristaux de quartz « en chaînes » plus ou moins connectées. Le plagioclase (oligoclase) est automorphe à sub-automorphe, faiblement zoné et fortement altéré (Planche III, Photos C, E, F, G et H). Les bourgeons de myrmékite sont rares dans les lames minces

(Planche III, Photos A, B, C et F). La biotite est subautomorphe. Elle est de couleur verdâtre (riche en fer) mais peut être chloritisée. Elle contient des inclusions de zircon, minéraux opaques (Planche III, Photo H), apatite (Planche IV, Photo A) et sphène (Planche IV, Photo B). La hornblende verte est présente en faibles quantités (Planche IV, Photo C). Elle est présente en cristaux ou en amas de cristaux plus ou moins riches en biotite, sphène et apatite (rarement isolée comme peut l'être la biotite). Les minéraux accessoires sont l'apatite, le sphène, les minéraux opaques dont l'ilménite, les zircons et des pseudomorphoses métamictisées vraisemblablement d'allanite (Planche III, Photo H ; Planche IV, Photo D). Des veines étroites parfois soulignées par des liserés de calcite sont présentes à travers les cristaux de toutes natures. Les minéraux secondaires sont donc la damourite, la calcite et la chlorite.

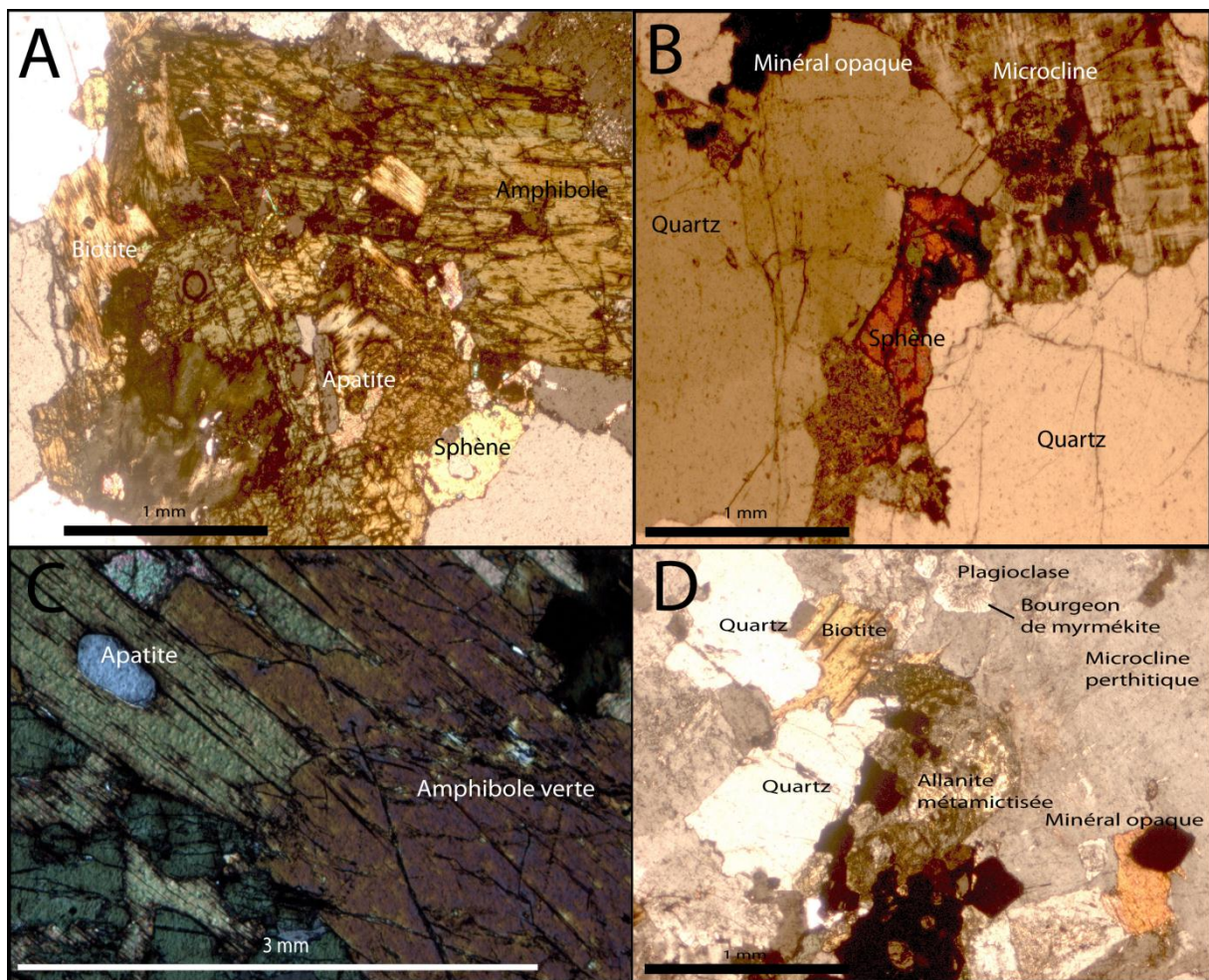


Planche III : Photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur les lames minces du granit rose de La Clarté en LPA. (A) Hornblende verte, biotite, minéraux opaques, sphène et apatite aciculaire, (B) Sphène, (C) Hornblende verte et apatite en inclusion, (D) Allanite métamictisée, minéral accessoire présent dans le granit de La Clarté.

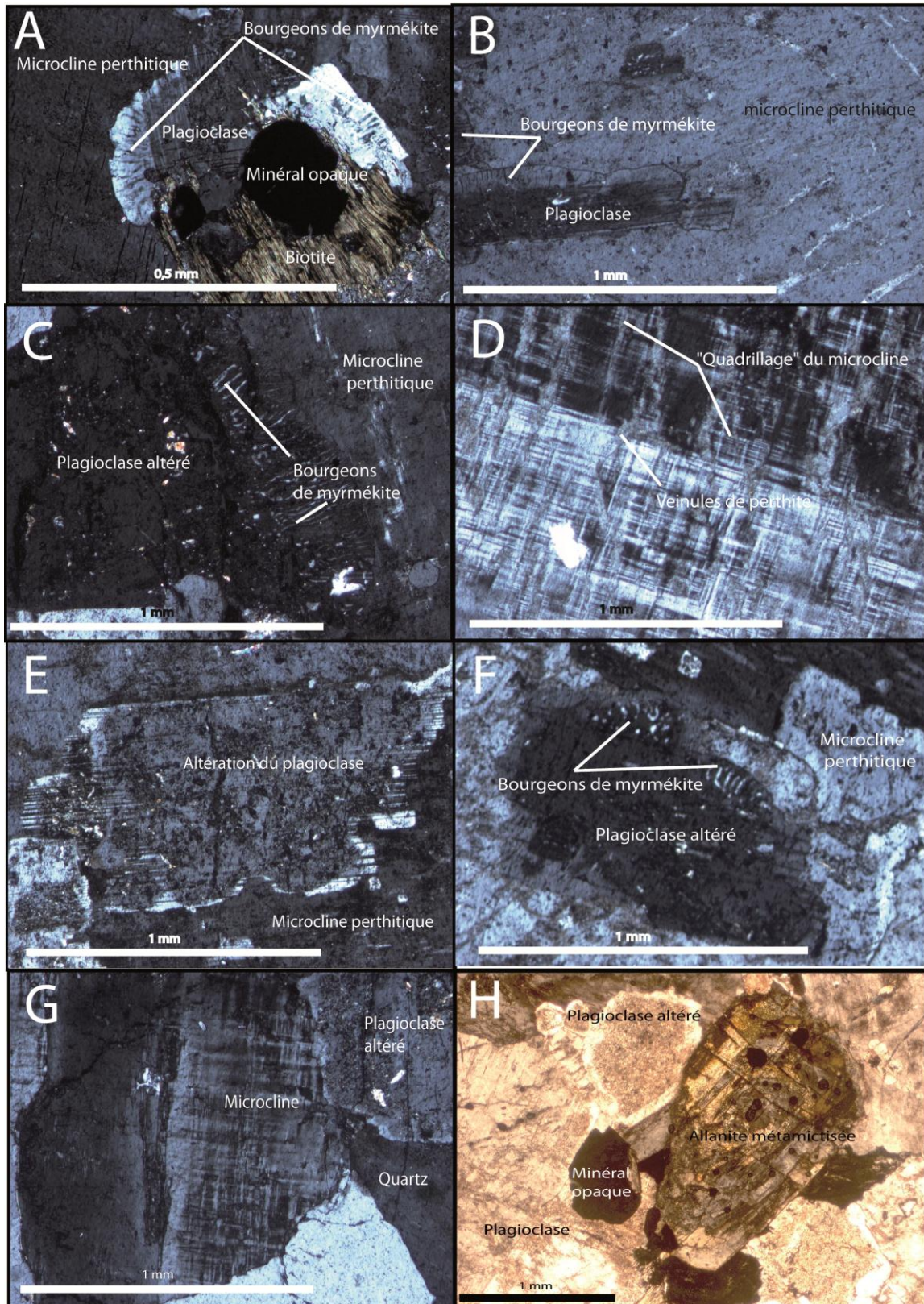


Planche IV : Suite des photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur les lames minces du granit rose de La Clarté en lumière polarisée analysée (LPA). (A, B, C) Bourgeons de myrmékite, (D) Microcline perthitique, (E) Altération du plagioclase en son centre et microcline perthitique, (F) Altération du plagioclase, Bourgeons de myrmékite et Microcline perthitique, (G) Microcline et (H) pseudomorphe métamictisée d'allanite et présence de minéraux opaques.

2.1.2. Analyse modale

La quantité de quartz et les proportions relatives des différents feldspaths ($r = P / (P+A)$) montrent que la plupart des échantillons de La Clarté ont un mode syénogranitique (Fig. 53, $r = 31,7 \pm 2,3$, moyenne et écart-type sur 8 analyses). Un seul échantillon se situe dans le champ des monzogranites en restant toutefois proche de celui des syénogranites ($r = 35,1$). Si qualitativement la distinction des deux faciès « Point Blanc » et « rouge » était possible sur la base de la variation apparente en macroéchantillons de la quantité de feldspath plagioclase, quantitativement au microscope, cette distinction est moins évidente. Il existe en effet un fort recouvrement des quantités de feldspath plagioclase entre les deux faciès (Annexe AI-11, Fig. 54). Similairement, les teneurs en quartz et biotite sont en recouvrement (Fig. 54). Ces teneurs ne permettent donc pas de distinguer quantitativement les deux faciès. Par contre, la proportion de feldspath alcalin diffère entre les deux faciès. Le « Point Blanc » est plus pauvre en feldspath alcalin (37,5-40,7 vol.%) que le faciès « rouge » (41,1-43,8 vol.% ; Annexe AI-11, Fig. 54). Quantitativement, la teneur en feldspath alcalin est donc la variable la plus adéquate pour distinguer ces deux faciès, sans tenir compte des incertitudes. Les échantillons de la carrière SAG1 apparaissent significativement plus pauvres en quartz (31,3-31,5 vol.%), mais plus riches en plagioclase (19,5-21,7 vol.%) que certains échantillons des autres carrières (jusqu'à 36,7 vol.% et 15,6 vol.%, respectivement; Annexe AI-11). L'échantillon LCH2.1 se distingue par une moindre quantité de feldspath alcalin (37, 5 vol.%) et par une plus grande quantité de biotite (5,6 vol.%) que les autres échantillons du granit rose de La Clarté (jusqu'à 43,8 vol.% et 3,6 vol.%, respectivement ; Annexe AI-11).

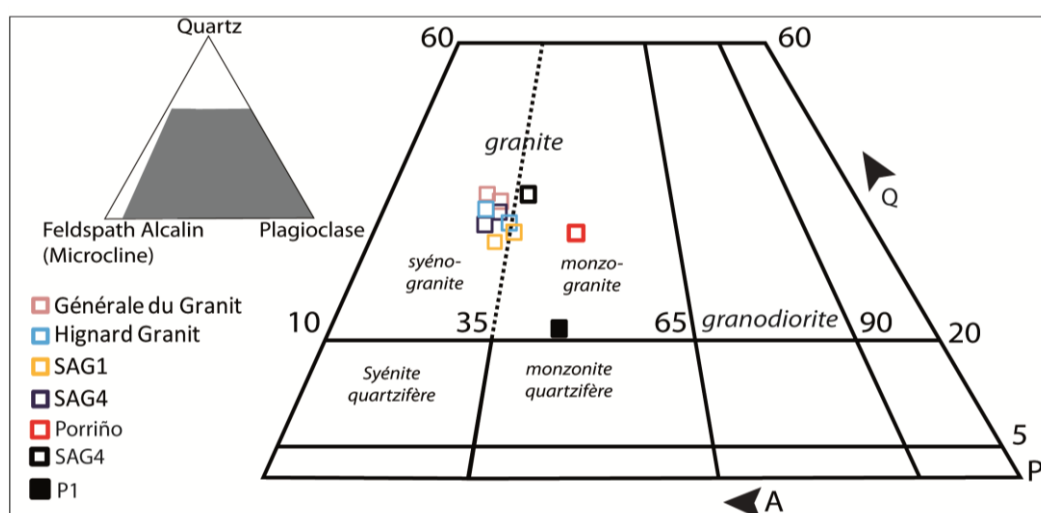


Fig. 53 : Diagramme QAP (Streickeisen, 1974 ; Le Maitre, 2002). Le granit rose de La Clarté est un syénogranite, son analogue commercial Porriño et les échantillons erratiques sont des monzogranites.

Ce granit est caractérisé par des valeurs comprises entre : quartz = 31-37 vol%, feldspath alcalin = 37-44 vol%, feldspath plagioclase = 16-22 vol%, biotite = 4-6 vol% et minéraux accessoires = 0,3-2,5 vol%. Ces gammes de variation des modes définissent la gamme de variations de la population du granit rose de La Clarté.

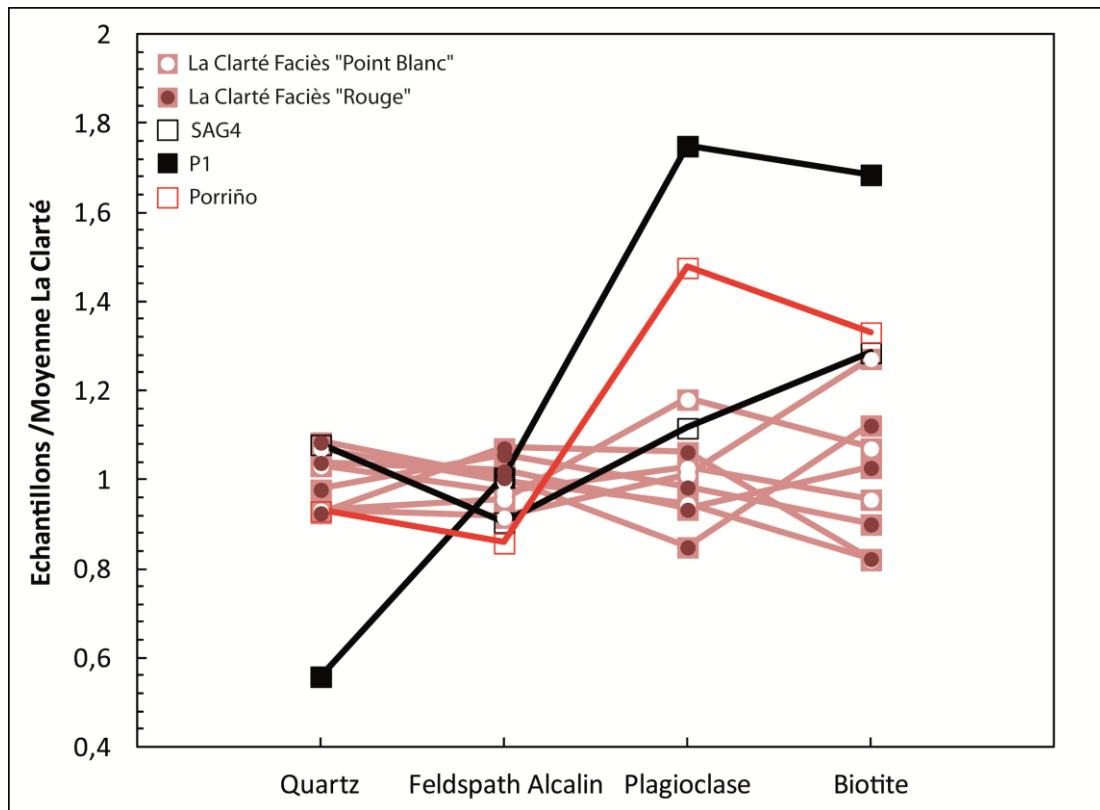


Fig. 54 : Spectres des compositions modales des échantillons de La Clarté, SAG4, P1 et Porriño normalisée à la moyenne du granit rose de La Clarté.

En traçant les histogrammes de distributions des pourcentages volumiques cumulés des phases minérales présentes dans les lames minces des échantillons de La Clarté (Fig. 55), nous pouvons observer que se distinguent deux pics majeurs parmi les quatre distributions, ceux de la biotite (4-6 vol%) et du feldspath plagioclase (18-20 vol%).

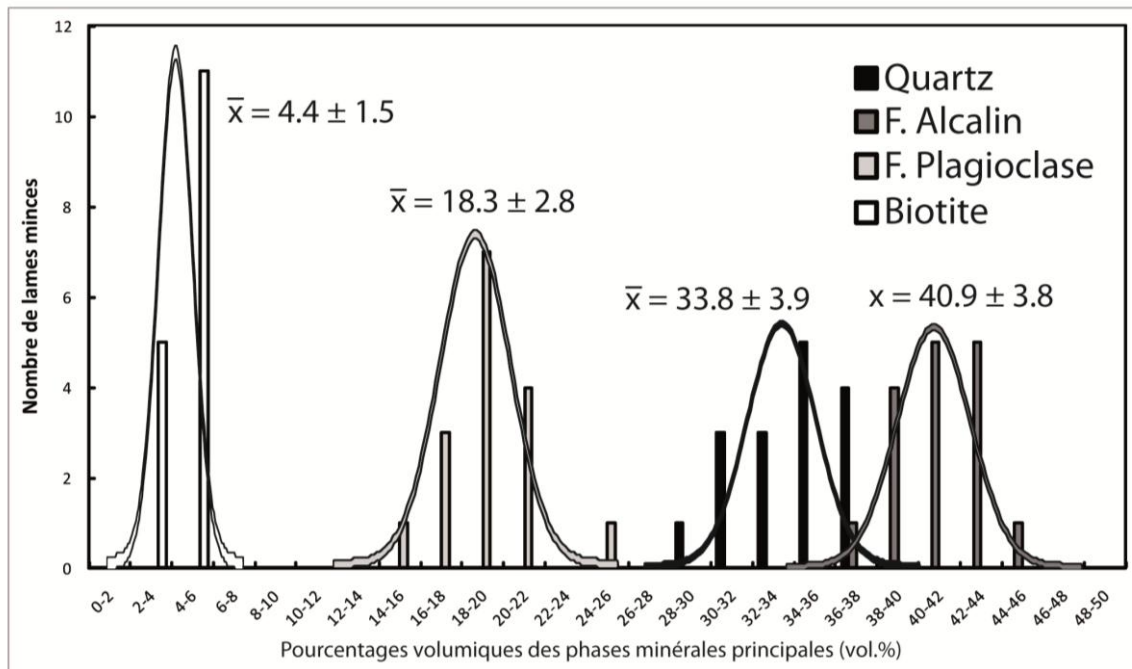
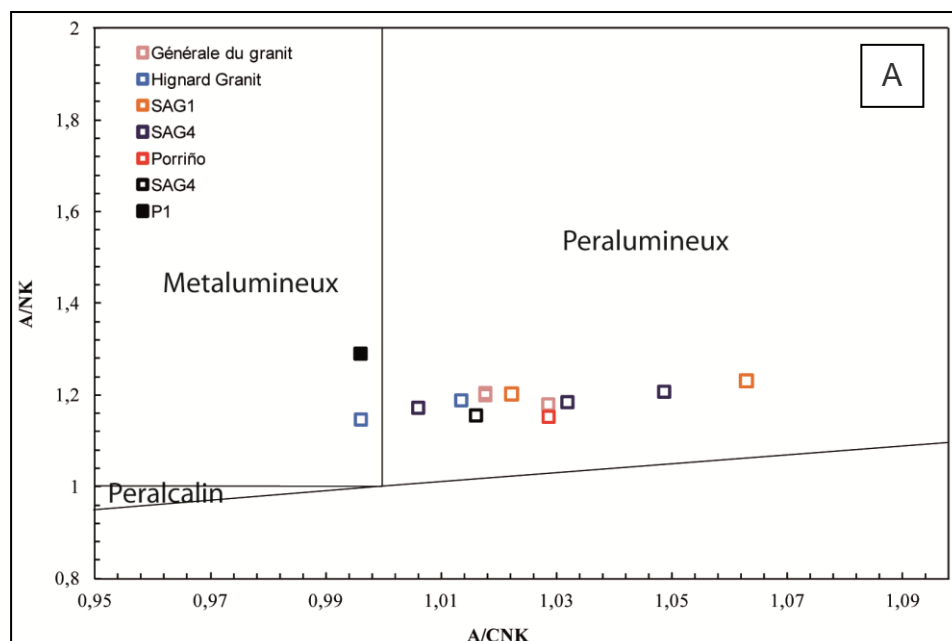


Fig. 55 : Histogrammes des pourcentages volumiques cumulés des phases minérales principales présentes dans le granit rose de La Clarté (valeurs moyennes et intervalle de confiance : $1,96 \times \sigma$; 95%).

2.2. Caractérisation géochimique

2.2.1. Géochimie élémentaire

Le granit rose de La Clarté est une roche sub-alkaline à alcaline, calco-alkaline à alcali-calcique (Annexe AII-45). Il montre aussi des caractères fortement potassique à shoshonitique et faiblement peralumineux. Il se situe clairement dans le champ des associations ferrifères (Fig. 56 et Annexe AII-45).



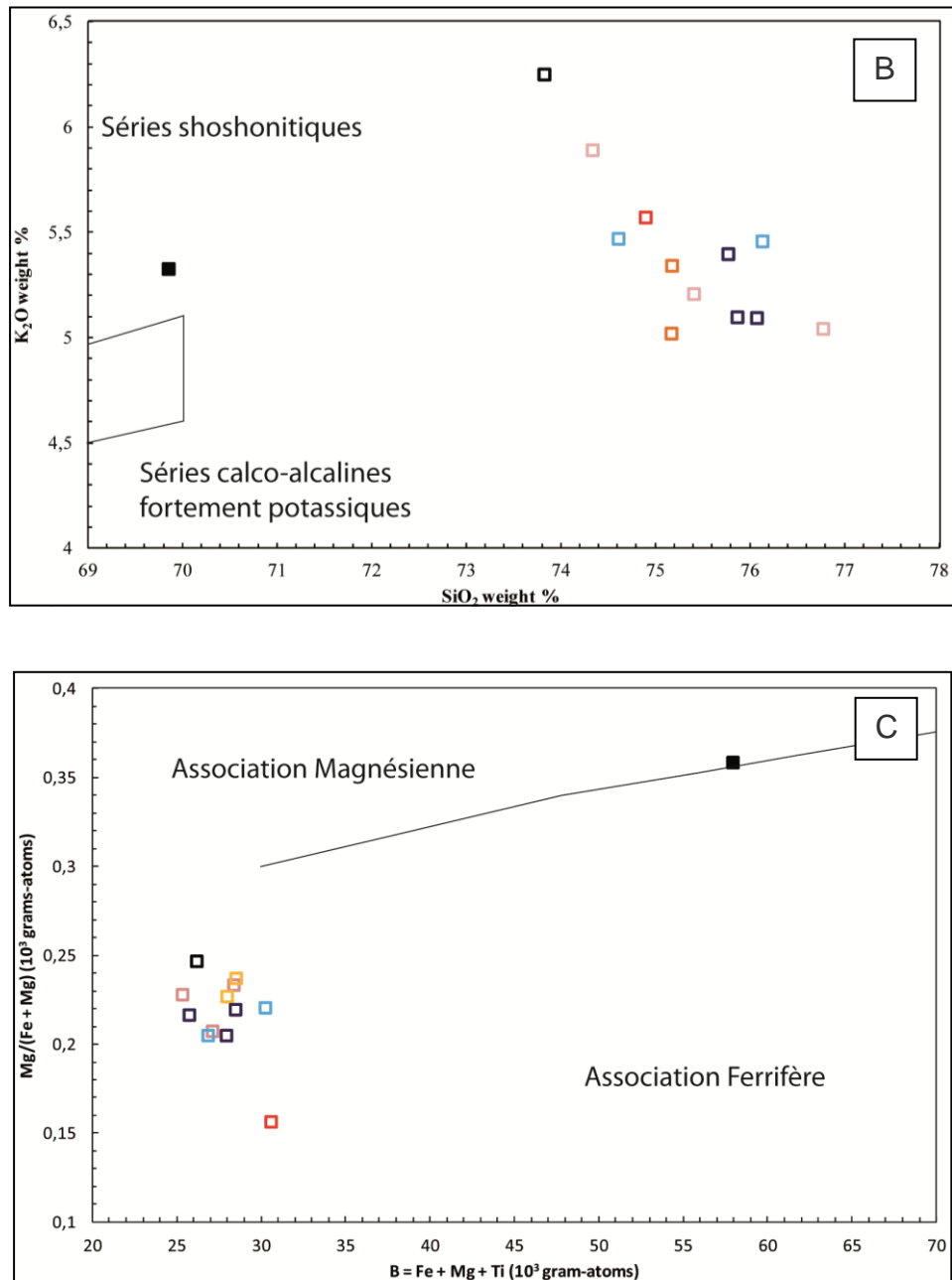


Fig. 56 : Caractéristiques chimiques en roche totale du granit rose de La Clarté, des échantillons analogues commerciaux Porriño et erratiques SAG4 et P1. Les échantillons sont : (A) d'affinité peralumineuse (Maniar et Piccoli, 1989), (B) calco-alcalins fortement potassique à shoshonitique (Peccerillo et Taylor, 1976 ; Rickwood, 1989) et (C) situés dans le champ d'une association ferrifère (sauf P1 qui est dans le champ d'une association magnésienne ; Debon et Lefort (1988). Légende voir Fig. 53.

Les échantillons issus des quatre carrières ont des compositions relativement homogènes en éléments majeurs, en considérant les incertitudes (Annexe AII-21). Ceci ne permet pas de distinguer une carrière par rapport à une autre. En revanche, la différence entre les deux faciès commerciaux du granit rose de La Clarté est confirmée par la quantité de CaO . Le faciès « Point Blanc » est effectivement un peu plus riche en CaO (0,97-1,06 wt.%) que le faciès

« Rouge » (0,85-0,99 wt.% ; Annexe AII-23, Fig. 56, 57), même si les gammes de variations en CaO se recouvrent partiellement (variable de type B, Fig. 10). Ceci est cohérent avec les modes eux aussi en recouvrement partiel.

L'homogénéité de composition se retrouve également au niveau des éléments en traces (e.g. As, Bi, Cd, Ce, Co, Cr ; Annexe AII-29, Fig. 58) mise à part pour la carrière BGP où l'on observe un enrichissement relatif en Ba. Les échantillons BGP sont en effet plus riches en Ba (119,1-126,1 ppm) mais présentent aussi des teneurs plus faibles en Dy (2,649-2,71 ppm), Er (0,995-1,12 ppm), Gd (4,67-5,2 ppm), Ge (1,28-1,35 ppm), Ho (0,378-0,42 ppm), Lu (0,138-0,152 ppm), et Nb (11,38-12,81 ppm) que les échantillons des trois autres carrières (96-117,3 ppm ; 2,85-3,82 ppm ; 1,20-1,655 ppm ; 5,43-6,88 ppm ; 1,35-1,48 ppm ; 0,45-0,61 ppm ; 0,171-0,234 ppm ; 14,85-20,54 ppm, respectivement ; Annexe AII-29).

De plus, tous les échantillons des carrières Société Armoricaire des Granits 1 (SAG1) et Société Armoricaire des Granits 4 (SAG4) peuvent se distinguer de quelques échantillons des autres carrières grâce à la teneur en Be. Ils sont plus riches en Be (5,881-7,141 ppm) que ceux des deux autres carrières (4,605-6,08 ppm ; Annexe AII-29). La distinction entre le faciès « Point Blanc » et le faciès « Rouge » est soulignée par les différences de teneur en Gd, Mo et Pb (Annexe AII-29, Fig. 58).

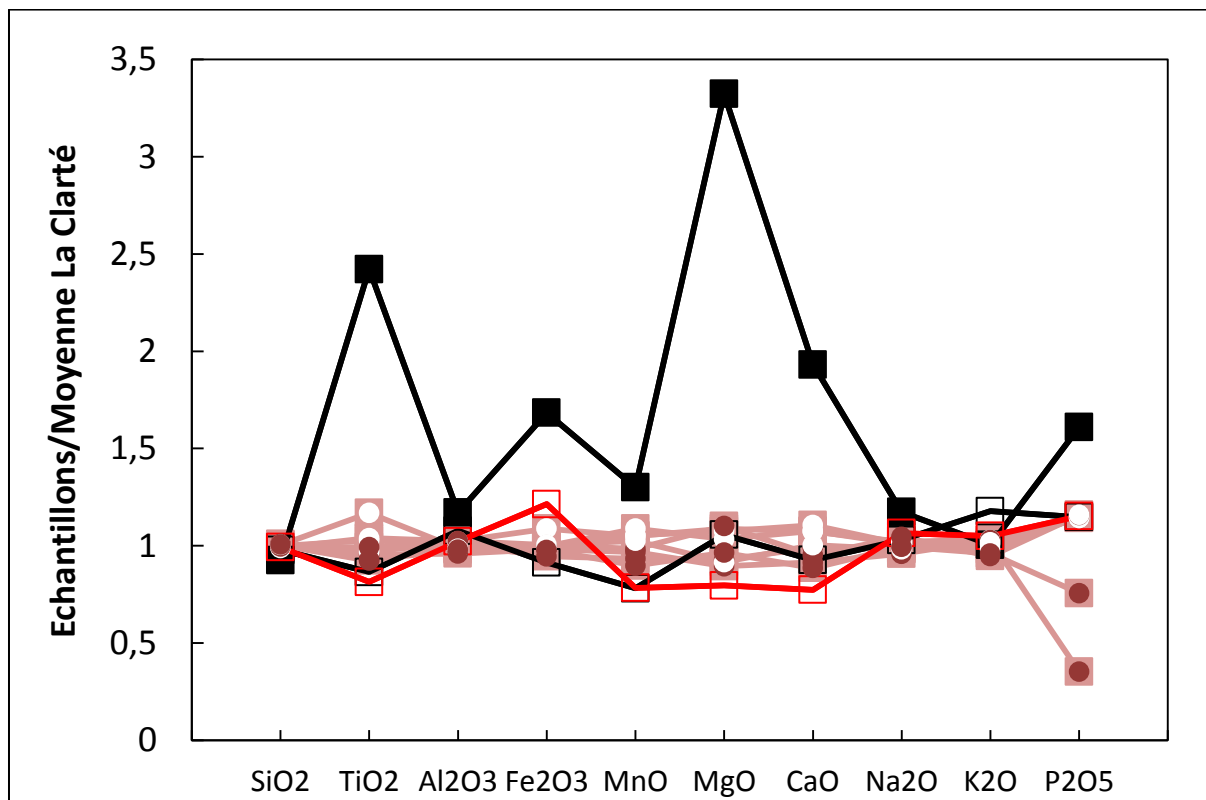


Fig. 57 : Spectres des compositions chimiques en éléments majeurs des échantillons de La Clarté, SAG4, P1 et Porriño normalisés à la moyenne du granit rose de La Clarté. Légende voir Fig. 54.

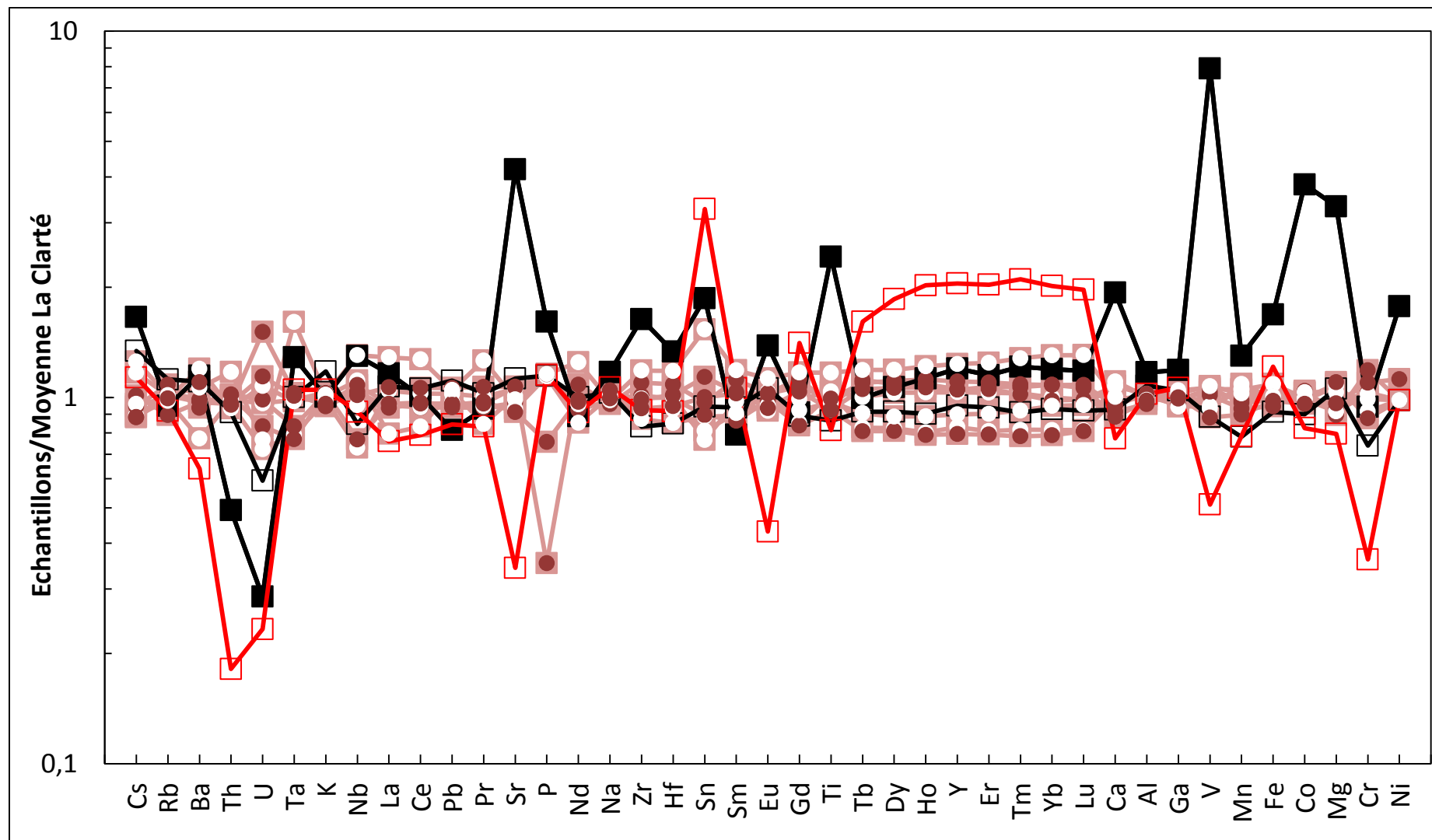


Fig. 58 : Spectres multi-élémentaires des compositions des échantillons de La Clarté, SAG4, P1 et Porriño normalisés à la moyenne du granit rose de La Clarté. Légende voir Fig. 54.

Les spectres de Terres Rares normalisés aux Chondrites apparaissent homogènes et significativement fractionnées (Fig. 59). La teneur en La normalisée $-(La)_N$ varie entre 299 et 482. Les valeurs $(La/Lu)_N$ sont comprises entre 44 et 68. Ces spectres montrent une anomalie négative marquée en Eu ($Eu/Eu^* = 0,39$).

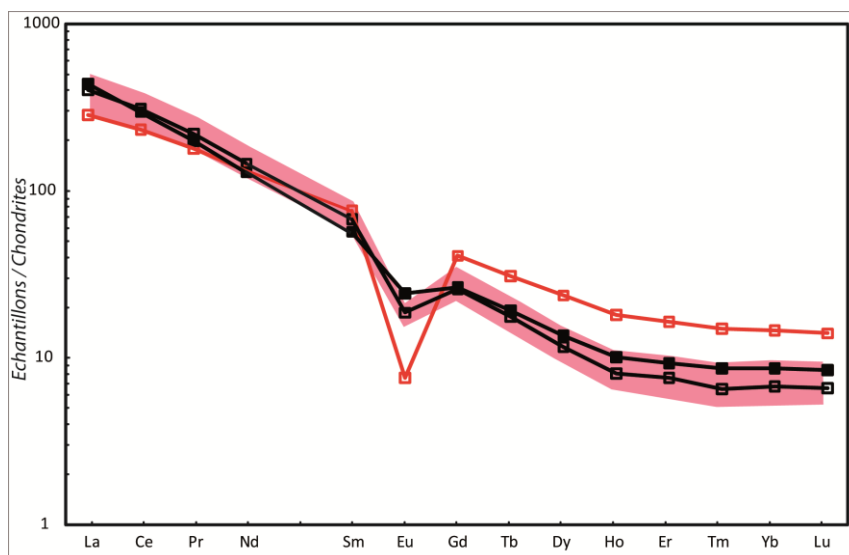


Fig. 59 : Spectres des Terres Rares normalisés aux Chondrites pour les échantillons de La Clarté (ensemble rose), pour l'échantillon Porriño (carré et trait rouges) et pour les échantillons SAG4 et P1 (carrés et traits noirs). Valeurs de normalisation d'Evensen et al. (1978).

2.2.2. Géochimie isotopique en Rb/Sr et Sm/Nd

Les signatures isotopiques $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ montrent une certaine homogénéité pour la pierre de construction La Clarté sur l'ensemble des carrières, mais aussi au sein d'une même carrière, avec des valeurs comprises respectivement entre 0,742090 et 0,748322 et entre 0,512250 et 0,512289 (Annexe AII-36 ; Fig. 60).

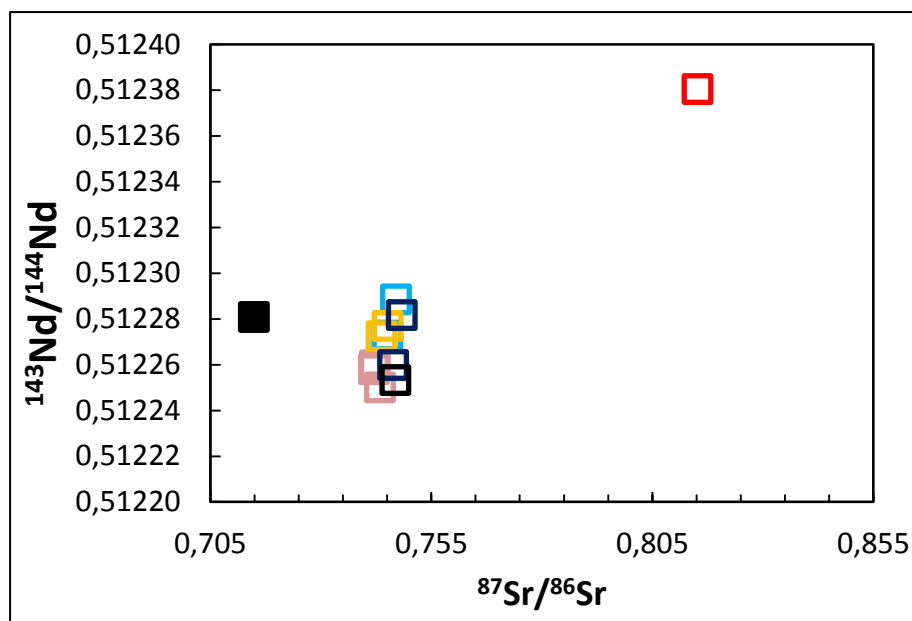


Fig. 60 : $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ pour les échantillons de La Clarté, SAG4, P1 et Porriño. Légende voir Fig. 53.

2.3. Caractérisation magnétique

Les échantillons de La Clarté possèdent une intensité d'Aimantation Rémanente Naturelle (ARN) variable ($5,44 \cdot 10^{-3}$ - $9,72 \cdot 10^{-2}$ A/m) et une susceptibilité magnétique χ forte ($144,4$ - $1206 \cdot 10^{-5}$ SI ; Fig. 61 et Annexe AIII-48). Seuls dix-huit spécimens prélevés dans les 8 échantillons de La Clarté ont fait l'objet de mesures d'Aimantation Rémanente Isotherme (Annexe AIII-48 ; Fig. 62). Les valeurs du Champ Coercitif Rémanent (Hcr) et d'Aimantation Rémanente à saturation (Jrs) sont comprises entre 8,89-38,64 mT et 2,41-15,13 A/m, respectivement. Quelques uns des échantillons de la carrière SAG4 possèdent de plus fortes valeurs d'ARN et de Hcr (Fig. 61 et 62). Les fabriques magnétiques des spécimens du granit de La Clarté sont assez élevées, avec un rapport K_1/K_3 compris entre 1,07-1,32, et sont plutôt à tendance « ellipsoïde aplati » mais avec de grandes variations entre 1,01-1,15 pour K_1/K_2 et 1,02-1,23 pour K_2/K_3 (Annexe AIII-48 ; Fig. 63). Certains échantillons de différentes carrières peuvent être significativement différents des autres échantillons de La Clarté (Annexe AIII-48). Par exemple, l'échantillon SAG1 1.1 possède des valeurs plus faibles de χ ($\sim 300 \cdot 10^{-5}$ SI) que les échantillons des autres carrières possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation de χ ($\sim 1200 \cdot 10^{-5}$ SI). Aucune carrière exploitant du granit rose de La Clarté ne peut être clairement distinguée par les valeurs des propriétés magnétiques (Fig. 45). De plus, nous ne pouvons pas différencier d'une manière magnétique les deux faciès commerciaux du granit rose de La Clarté (Fig. 64).

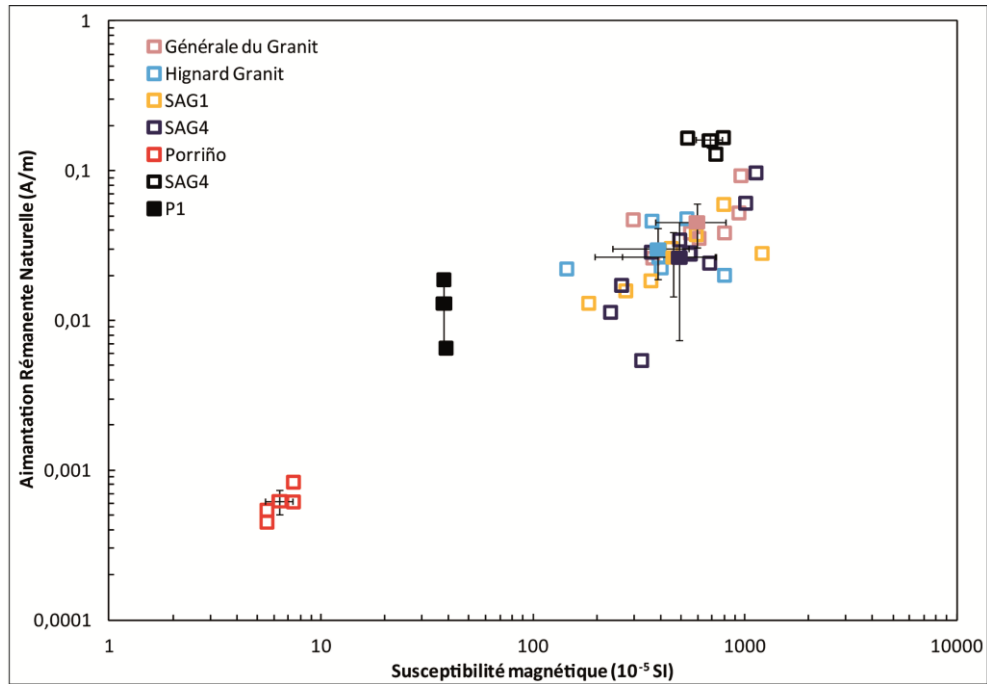


Fig. 61 : Susceptibilité magnétique (χ) versus Aimantation Rémanente Naturelle (ARN) pour les échantillons de La Clarté, et les spécimens pour les échantillons Porriño, SAG4 et P1. Les carrés possédant des barres d'erreur correspondent aux moyennes géométriques des échantillons par carrière. Légende voir Fig. 53.

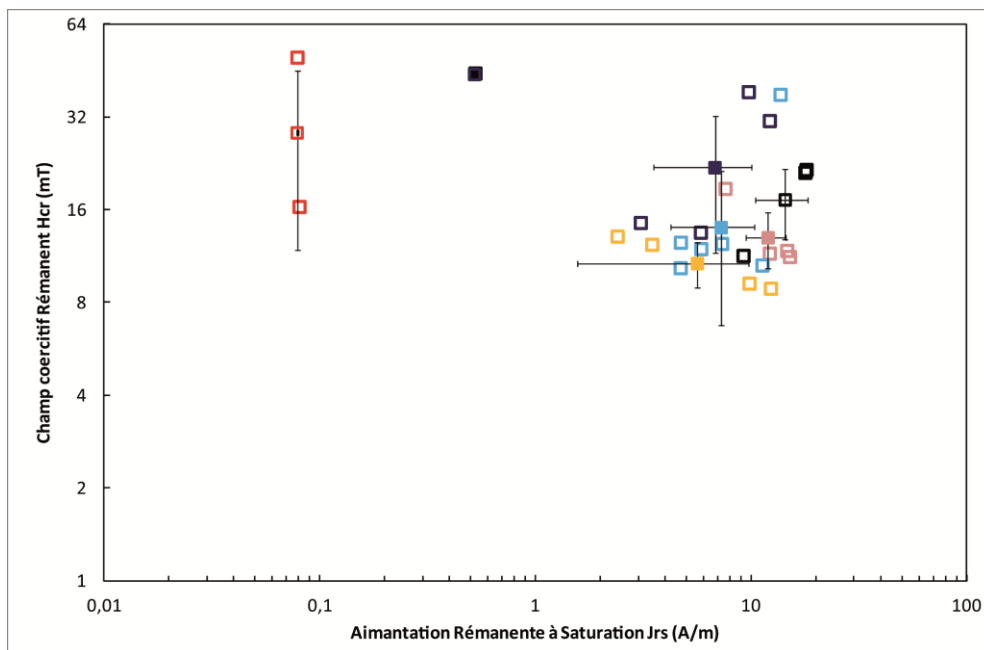


Fig. 62 : Aimantation Rémanente à Saturation (Jrs) versus Champ coercitif Rémanent (Hcr) pour les échantillons de La Clarté, et les spécimens pour les échantillons Porriño, SAG4 et P1. Les carrés possédant des barres d'erreur correspondent aux moyennes géométriques des échantillons par carrière. Légende voir Fig. 53.

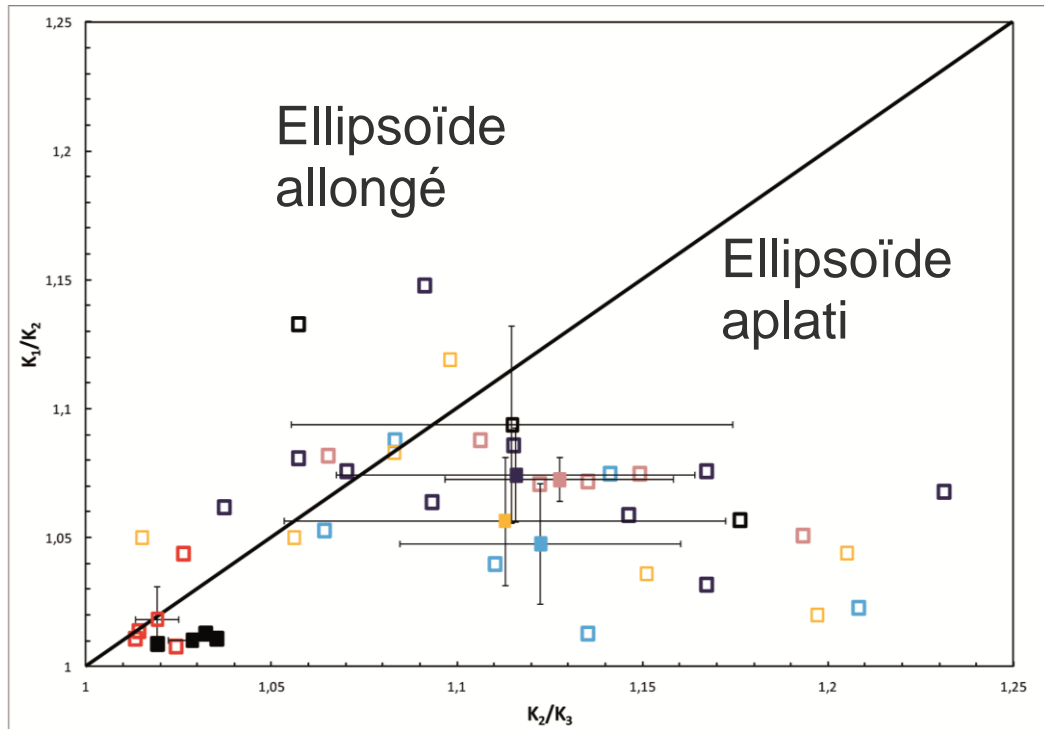


Fig. 63 : Anisotropie de susceptibilité magnétique (K_1/K_2 et K_2/K_3) pour les échantillons de La Clarté, et des spécimens pour les échantillons Porriño, SAG4 et P1. Les carrés possédant des barres d'erreur correspondent aux moyennes géométriques des échantillons par carrière. Légende voir Fig. 53.

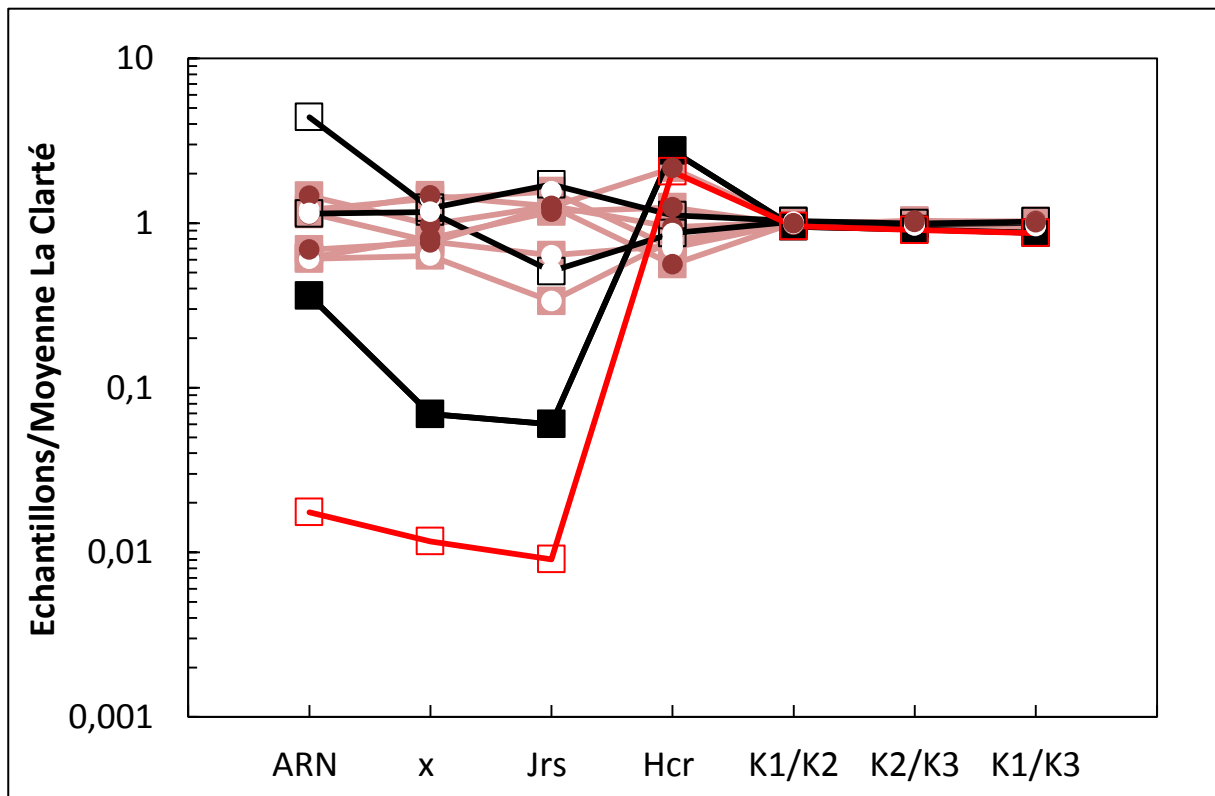


Fig. 64 : Spectres des propriétés magnétiques des échantillons de La Clarté, SAG4, P1 et Porriño normalisés à la moyenne du granit rose de La Clarté. Légende voir Fig. 54.

3. Variabilité à l'échelle d'une carrière (deux faciès dans une même carrière)

De la même manière que pour le granit gris SilverStar du Tarn, certaines de nos données pourraient indiquer une signature spécifique d'une carrière ou d'une partie d'une carrière. Une comparaison entre les deux faciès de granit de La Clarté, le faciès « Point Blanc » et le faciès « Rouge » a été effectuée dans toutes les carrières de La Clarté. Ces deux faciès se distinguent par leur quantité en feldspaths plagioclase et alcalin : le faciès « Point Blanc » étant plus riche en plagioclase et moins riche en feldspaths alcalins (37,5-40,7 vol.%) que le faciès « Rouge » (41,1-43,8 vol.% ; Annexe AI-11). Ces différences minéralogiques se traduisent au niveau géochimique par les variations des teneurs en CaO (le faciès « Point Blanc » : 0,97-1,06 wt.% ; le faciès « Rouge » : 0,85-0,99 wt.% ; Annexe AII-23). D'autres éléments montrent des différences entre les deux faciès, ce sont essentiellement le Gd, Mo et Pb (Fig. 58, Annexe AII-29). Cependant, compte tenu des erreurs analytiques (Annexes AI-9, AII-21, AII-34, AIII-46), ces différences ne sont pas significatives. D'autre part, aucune différenciation magnétique n'apparaît entre les deux faciès commerciaux du granit rose de La Clarté (Fig. 64). Toutes les variables présentées ici sont des variables de cas B ou C (Fig. 10).

Les faciès « Point Blanc » ou « Rouge » n'étant pas localisés dans une partie précise d'une carrière ou de l'intrusion (Fig. 50) et qu'un même palier ou une même zone dans la carrière ne fournit pas un faciès commercial précis, la pierre de construction de La Clarté peut être considérée comme homogène au sein d'une même carrière, même lorsque deux faciès macroscopiques sont qualitativement identifiables. Comme dans le cas du Tarn, il n'est donc pas possible d'assigner à cette pierre de construction donnée une provenance géographique précise à l'intérieur d'une carrière.

4. Variabilité à l'échelle de l'« intrusion commercialisée » (plusieurs carrières pour une même pierre de construction)

Nos données pourraient aussi indiquer une signature spécifique d'une carrière par rapport aux autres exploitant le même granit. L'analyse modale révèle que les échantillons de la carrière SAG1 apparaissent plus pauvres en quartz (31,3-31,5 vol.%) que certains échantillons des autres carrières (jusqu'à 36,7 vol.% ; Annexe AI-11, Fig. 53). De même, l'échantillon LCH2.1 se distingue par une quantité plus faible de feldspath alcalin (37, 5 vol.%) par rapport aux autres échantillons du granit rose de La Clarté (jusqu'à 43,8 vol.% ; Annexe AI-11, Fig. 53). Cependant, les compositions géochimiques en éléments majeurs montrent qu'aucune distinction n'est possible entre les carrières (Annexe AII-23, Fig. 56, 57). En revanche, les

échantillons provenant de la carrière BGP diffèrent des autres par certains éléments traces. Par exemple, les échantillons BGP sont plus riches en Ba, mais plus pauvres en Dy, Er, Gd, Ge, Ho, Lu, et Nb que les échantillons des trois autres carrières. De plus, certains échantillons des carrières SAG1 et SAG4 peuvent se distinguer de quelques échantillons des autres carrières grâce à leur teneur en Be (Annexe AII-29). D'un point de vue magnétique, quelques uns des échantillons de la carrière SAG4 possèdent de plus fortes valeurs d'ARN et de Hcr (Fig. 61 et 62). De plus, l'échantillon SAG1 1.1 possède des valeurs plus faibles en χ ($\sim 300.10^{-5}$ SI) que les échantillons des autres carrières possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation en χ ($\sim 1200.10^{-5}$ SI).

Etant donné les erreurs sur les variables, la grande majorité de ces différences modales, géochimiques et magnétiques ne peut être considérée comme significatives. Ce sont toutes des variables de cas B ou C (Fig. 10).

Considérant la variabilité à l'intérieur d'une carrière et donc à l'échelle de plusieurs carrières, il apparaît qu'aucune de ces carrières ne possède une signature spécifique. Cette pierre de construction peut donc être considérée comme homogène à l'échelle d'une « intrusion commercialisée ». Il n'est donc pas possible d'assigner, à cette pierre de construction, une provenance géographique précise à l'intérieur d'un groupe de carrières.

Grâce à cet exemple de caractérisation du granit rose de La Clarté, nous pouvons conclure que cette pierre de construction est relativement homogène à l'échelle d'une carrière (entre les différents paliers d'une même carrière, même avec deux faciès commerciaux différents). De plus, en comparant les données de plusieurs carrières au sein d'une même intrusion et espacées de quelques centaines de mètres, nous pouvons conclure que cette pierre de construction est homogène à l'échelle de plusieurs carrières situées dans une même unité géologique d'une intrusion composite.

Nous allons maintenant présenter les caractéristiques de deux échantillons « erratiques » dont la provenance n'est pas certaine pour l'un mais connue pour l'autre, puis les comparer avec celles du granit rose de La Clarté pour retrouver leur provenance et pour tester la validité de cette caractérisation et vérifier qu'elle soit utile pour discuter de la provenance des pierres de construction.

5. Test de provenance et de validité de la caractérisation

Deux échantillons SAG4 et P1 sont utilisés pour tester la validité de la caractérisation établie précédemment sur le granit rose de La Clarté et pour vérifier comment cette caractérisation peut être utilisée pour retrouver une provenance. L'échantillon SAG4 est une roche prélevée au fond de la carrière SAG4 et non sur le front de taille. Elle a donc possiblement été extraite ailleurs et apportée dans la carrière. Il est en effet courant de trouver dans les carrières des pierres qui n'en proviennent pas. En ce sens, cet échantillon est considéré comme un

échantillon erratique. Nous ne savons pas non plus si cette pierre correspond à un rebut non commercialisable ou non de la Clarté. L'échantillon P1 est une roche issue d'un affleurement naturel au sud est de Penvern. A cet endroit la carte géologique (Barrière, 1977) indique la présence du faciès Traouiéros de la première unité géologique de l'intrusion. Cet échantillon n'est donc a priori pas représentatif d'un faciès commercialisable mais il est utile pour vérifier que ses caractéristiques ne recouvrent pas celles du faciès commercial.

5.1. Comparaison des caractéristiques de l'échantillon SAG4

Qualitativement, l'échantillon SAG4 possède les mêmes caractéristiques macroscopiques et microscopiques (couleur, taille de grains, minéraux) que la population de référence, La Clarté, et son mode se situe dans la gamme de variations des modes du granit rose de La Clarté (Annexe AI-16, Fig. 53, 54). La proportion volumique de feldspath alcalin est un peu plus faible (37,0 vol.%) que celle des échantillons de La Clarté (37,5-43,8 vol.%) ; mais en tenant compte des incertitudes, cette différence n'est pas significative. Cet échantillon correspond à une roche sub-alcaline à alcaline, alcali-calcique (Annexe AII-45). Elle possède des caractères shoshonitique et est faiblement peralumineuse. Elle se situe dans une association ferrifère (Fig. 56). Elle possède donc les mêmes caractères que le granit rose de La Clarté. Les valeurs de la plupart des teneurs en éléments majeurs de cet échantillon entrent dans les gammes de variations du granit rose de La Clarté (e.g. Fe_2O_3 , MgO , CaO , P_2O_5 ; Annexe AII-27, Fig. 56, 57). Les apparentes différences en teneurs de SiO_2 , Al_2O_3 et K_2O entre l'échantillon SAG4 et le granit rose de La Clarté ne sont pas significatives (Annexe AII-27, Fig. 56, 57). Cet échantillon possède des concentrations similaires en Terres Rares légères à celles de La Clarté (Fig. 59). Le spectre des Terres Rares normalisé aux chondrites montre une anomalie négative similaire (aussi marquée que les spectres du granit rose de La Clarté) avec un rapport Eu/Eu^* égal à 0,45. Ce spectre est en recouvrement sur ceux des échantillons de La Clarté (Fig. 59). La majorité des éléments en traces de l'échantillon SAG4 a aussi des valeurs qui recouvrent celles des échantillons de La Clarté (As, Be, Bi, Cd, Ce, Co, Cu, Dy, Er, Eu, Ga, Gd, Ge, Ho, In, La, Lu, Nb, Nd, Ni, Pr, Sb, Sm, Sn, Ta, Tb, Tm, V, Y, Yb et Zn ; Annexe AII-33, Fig. 58). Les différences observées au niveau des autres éléments en traces (Ba, Cr, Cs, Hf, Mo, Pb, Rb, Sr, Th, U, W, Zr ; Annexe AII-33, Fig. 59) ne sont pas significatives, ces valeurs rentrant dans les gammes de variations de ces éléments du granit rose de La Clarté. Les signatures isotopiques $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ (0,746928) et $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ (0,512253) entrent dans les gammes obtenues dans les échantillons du granit de La Clarté. L'échantillon SAG4 possède des valeurs plus

élevées en ARN ($1,3 \cdot 10^{-1} - 1,7 \cdot 10^{-1}$ A/m) mais dans les mêmes gammes de variations (en tenant compte des incertitudes de mesures, Annexe AIII-46, Fig. 61, 62) que celles observées dans les échantillons de La Clarté. Les valeurs de χ de l'échantillon SAG4 sont comprises entre $537 \cdot 10^{-5} - 792 \cdot 10^{-5}$ SI (Annexe AIII-52 ; Fig. 61). Ces valeurs sont en recouvrement avec celles du granit rose de La Clarté (Fig. 64). Cet échantillon possède aussi des valeurs similaires en Jrs (9,23 – 18,08 A/m) et en Hcr (11,3 – 21,59 mT ; Annexe AIII-52 ; Fig. 62, 64). Enfin, l'échantillon SAG4 présente une anisotropie magnétique aussi forte que celle du granit rose de La Clarté et aussi variable entre la tendance « ellipsoïde aplati » et « ellipsoïde allongé » (1,06-1,13 pour K_1/K_2 ; 1,06-1,18 pour K_2/K_3 et 1,20-1,24 pour K_1/K_3 ; Annexe AIII-52 ; Fig. 63, 64). Toutes ces variables modales, géochimiques et magnétiques sont des variables de cas C, non discriminantes en tenant compte des incertitudes (Fig. 10).

Toutes les caractéristiques de l'échantillon SAG4 sont similaires et toutes les valeurs de variables de cet échantillon rentrent dans les gammes de variations de celles du granit rose de La Clarté. L'échantillon SAG4 correspond clairement à une pierre de construction commercialisable qui peut être issue d'une des carrières d'exploitation du granit rose de La Clarté.

5.2. Comparaison des caractéristiques de l'échantillon P1

L'échantillon P1 possède lui aussi presque les mêmes caractéristiques macroscopiques et microscopiques (couleur, taille de grains, minéraux) que les granits de La Clarté bien que son mode (et sa texture) diffère(nt) un peu (Fig. 53, 54). Les proportions volumiques de feldspath alcalin, biotite et minéraux accessoires de l'échantillon P1 recouvrent celles des échantillons de La Clarté (Annexe AI-16, Fig. 54) mais il est moins riche en quartz (18,9 vol.%) et contient plus de feldspath plagioclase (32,1 vol.%) que les échantillons du granit de La Clarté (31,3-36,7 vol% ; 15,6-21,7 vol.%, respectivement ; Annexe AI-16, Fig. 54). Cet échantillon correspond à une roche sub-alcaline à alcaline, alcali-calcique (Annexe AII-45). Il montre des caractères shoshonitique et métalumineux. Il se situe à la limite des champs des associations ferrière et magnésienne (Fig. 56), cependant il est clairement magnésien au sens de Frost et al. (2001) et Frost et Frost (2008) (Annexe AII-45). L'échantillon P1 possède donc certaines caractéristiques géochimiques différentes de celles du granit rose de La Clarté. Les teneurs en MnO et K₂O de cet échantillon sont en recouvrement avec les gammes de variations du granit rose de La Clarté (Annexe AII-27, Fig. 57). Tous les autres éléments majeurs montrent des différences significatives par rapport au granit rose de La Clarté (e.g. SiO₂, Al₂O₃, Fe₂O₃ et

TiO₂ ; Annexe AII-27, Fig. 57). Cet échantillon possède des valeurs similaires en Terres Rares légères et en Terres Rares lourdes que celles de La Clarté (Fig. 59). Le spectre de Terres Rares montre une anomalie négative un peu moins marquée que ceux du granit rose de La Clarté avec un rapport Eu/Eu* égale à 0,63 mais il est en recouvrement sur ceux des échantillons de La Clarté (Fig. 59). La majorité des concentrations en éléments en traces de l'échantillon P1 recouvre celles des échantillons de La Clarté (As, Be, Bi, Cd, Ce, Cr, Cu, Dy, Er, Gd, Ge, Ho, In, La, Lu, Mo, Nb, Nd, Pb, Pr, Rb, Sb, Ta, Tb, Tm, W, Y et Yb ; Annexe AII-33, Fig. 58). Les éléments en traces Hf, Sm, Sn possèdent des valeurs apparemment différentes de celles du granit de La Clarté (Annexe AII-33, Fig. 58); mais en tenant compte des incertitudes (Annexe AII-21), ces valeurs rentrent dans les gammes de variation du granit rose de La Clarté. Toutes les valeurs des autres éléments en traces diffèrent significativement de celles des échantillons de La Clarté (Ba, Co, Cs, Eu, Ga, Ni, Sr, Th, U, V, Zn et Zr ; Annexe AII-33, Fig. 58). Ce sont des variables totalement discriminantes (cas A, Fig.10). Enfin, l'échantillon P1 possède des valeurs similaires en ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd (0,512281) mais plus faibles en ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr (0,714872 ; Annexe AII-40 ; Fig. 60). L'échantillon P1 possède des valeurs plus élevées en ARN ($7.10^{-3} - 1,9.10^{-2}$ A/m) mais dans les mêmes gammes de variations (en tenant compte des incertitudes de mesures, Annexes AIII-46 et AIII-52, Fig. 61, 64) que celles observées dans les échantillons de La Clarté. Les valeurs de χ de l'échantillon SAG4 sont significativement plus faibles (38.10^{-5}) que celles du granit rose de La Clarté (au minimum $144,4.10^{-5}$ SI ; Annexe AIII-52 ; Fig. 61, 64). Cet échantillon P1 possède aussi des valeurs plus faibles en Jrs (0,5 A/m) mais plus élevées en Hcr (44,4 mT ; Annexe AIII-52 ; Fig. 62, 64). Enfin, l'échantillon P1 présente une anisotropie magnétique plus faible que celle du granit rose de La Clarté et à tendance « ellipsoïde aplati » (1,01 pour K₁/K₂ ; 1,02-1,03 pour K₂/K₃ et 1,03-1,04 pour K₁/K₃ ; Annexe AIII-52 ; Fig. 63, 64).

Grâce à cette comparaison, nous avons identifié beaucoup de variables de cas A et de cas B (Fig. 10), des variables totalement ou partiellement discriminantes entre notre population de référence et l'échantillon P1. Donc, ce dernier ne peut être considéré comme une pierre de construction de type granit rose de La Clarté. Par ailleurs, les spectres normalisés des éléments majeurs et des éléments en traces des échantillons, issus des données de Charreteur (2006), des faciès géologiques 1a de La Clarté (spectres bleus) et 1b de Traouiéros (spectres verts) appartenant à la même unité géologique 1, confirment que l'échantillon P1 n'est pas représentatif du faciès géologique de La Clarté mais qu'il est issu du faciès géologique de Traouiéros (recouvrement des spectres verts avec le spectre noir de l'échantillon P1 ; Fig. 65,

66, 67). La pierre de construction de type La Clarté (spectres roses) possède une variance plus petite que celle du faciès géologique de La Clarté (spectres bleus ; Fig. 65 et 66). Accessoirement cela montre aussi que les différences « Point Blanc » et « Rouge » ne correspondent pas aux faciès géologiques de la Clarté et du Traouiéros.

Notre stratégie d'échantillonnage se voulait totalement différente d'un échantillonnage classique pétrologique. Cet exemple démontre que notre échantillonnage couvre bien l'ensemble des gammes de qualités différentes de pierres de construction commerciale de l'intrusion « commercialisée » (Faciès commercialisables « Point Blanc » et « Rouge ») et non l'ensemble des faciès pétrologiques issus de l'unité géologique de l'intrusion géologique composite (par exemple, pour les granites rouges de l'intrusion de Ploumanac'h, les unités de Traouiéros et de La Clarté). Donc, notre caractérisation regroupe bien uniquement les variations maximales des critères pétrologiques, géochimiques et magnétiques des roches exploitées et vendues sous le nom « granit rose de La Clarté ».

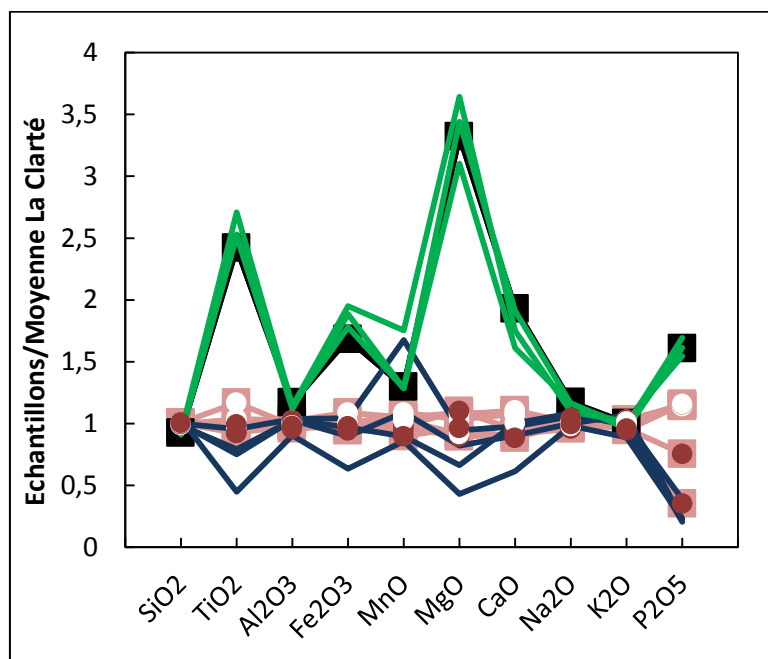


Fig. 65 : Spectres normalisés des éléments majeurs des échantillons de la pierre de construction de La Clarté (roses), de l'échantillon P1 (noir), des échantillons de l'unité géologique 1a de La Clarté (bleus) et de l'unité géologique 1b de Traouiéros (verts), données issues de Charreteur (2006). L'unité géologique 1 du massif de Ploumanac'h se divise en deux sous-unités 1a et 1b représentant deux faciès géologiques différents.

Grâce à ces deux comparaisons, nous pouvons conclure que la caractérisation du granit rose de La Clarté est définie par des gammes de variations maximales des variables pétrologiques, géochimiques et magnétiques quantitatives très délimitées. La comparaison des caractéristiques d'un échantillon à cette population de référence précédemment caractérisée permet de retrouver la provenance des pierres de construction de type rose. Nous allons maintenant présenter les caractéristiques de la pierre d'origine étrangère commercialement équivalente au granit rose de La Clarté, puis comparer ces caractéristiques avec celles du granit de La Clarté en essayant de sortir les traceurs permettant de les distinguer.

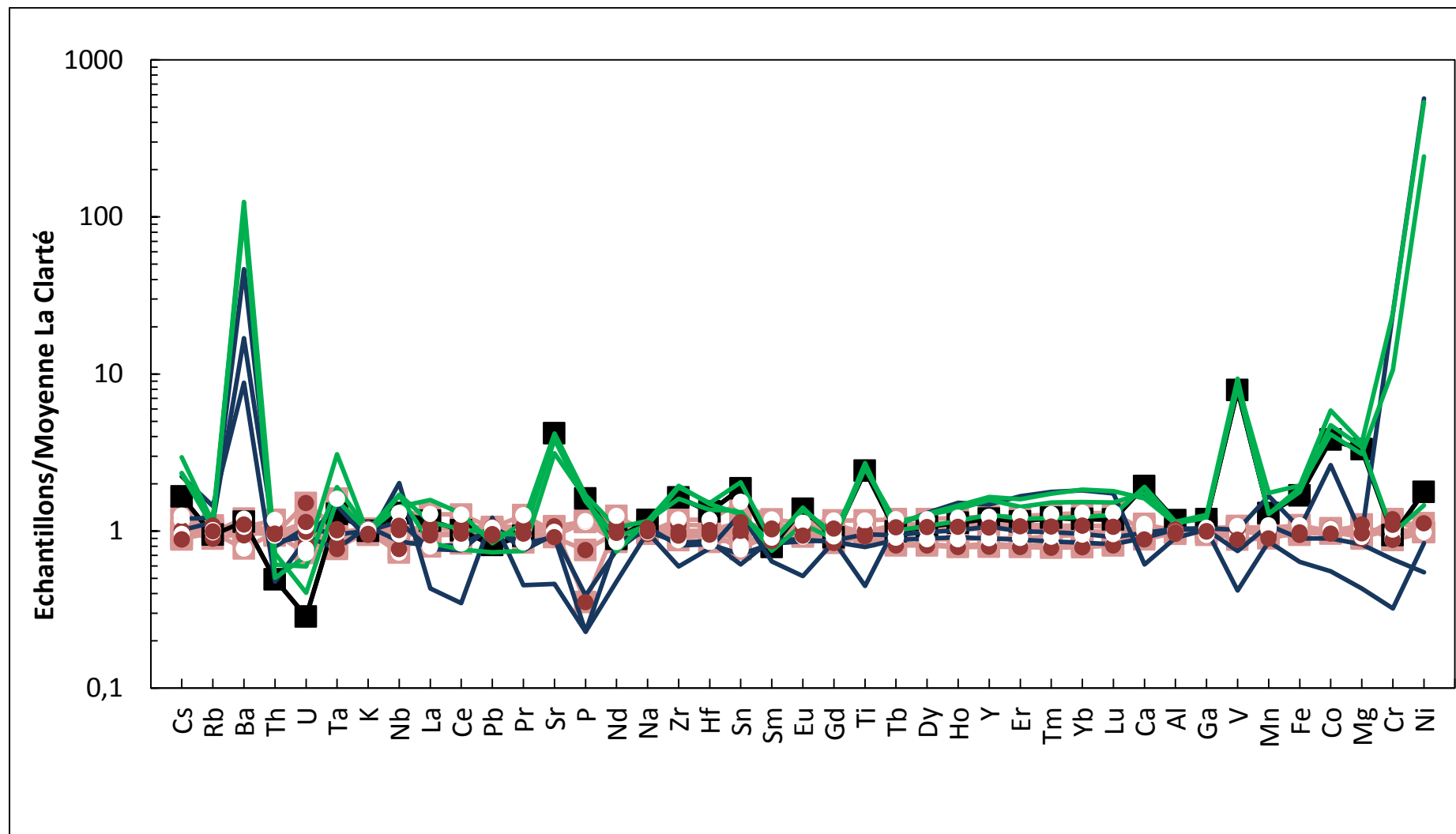


Fig. 66 : Spectres multi-élémentaires des compositions des échantillons du granit de La Clarté, P1 et des échantillons de l'unité géologique 1a de La Clarté (bleus) et de l'unité géologique 1b de Traouiéros (verts), données issues de Charreteur (2006).

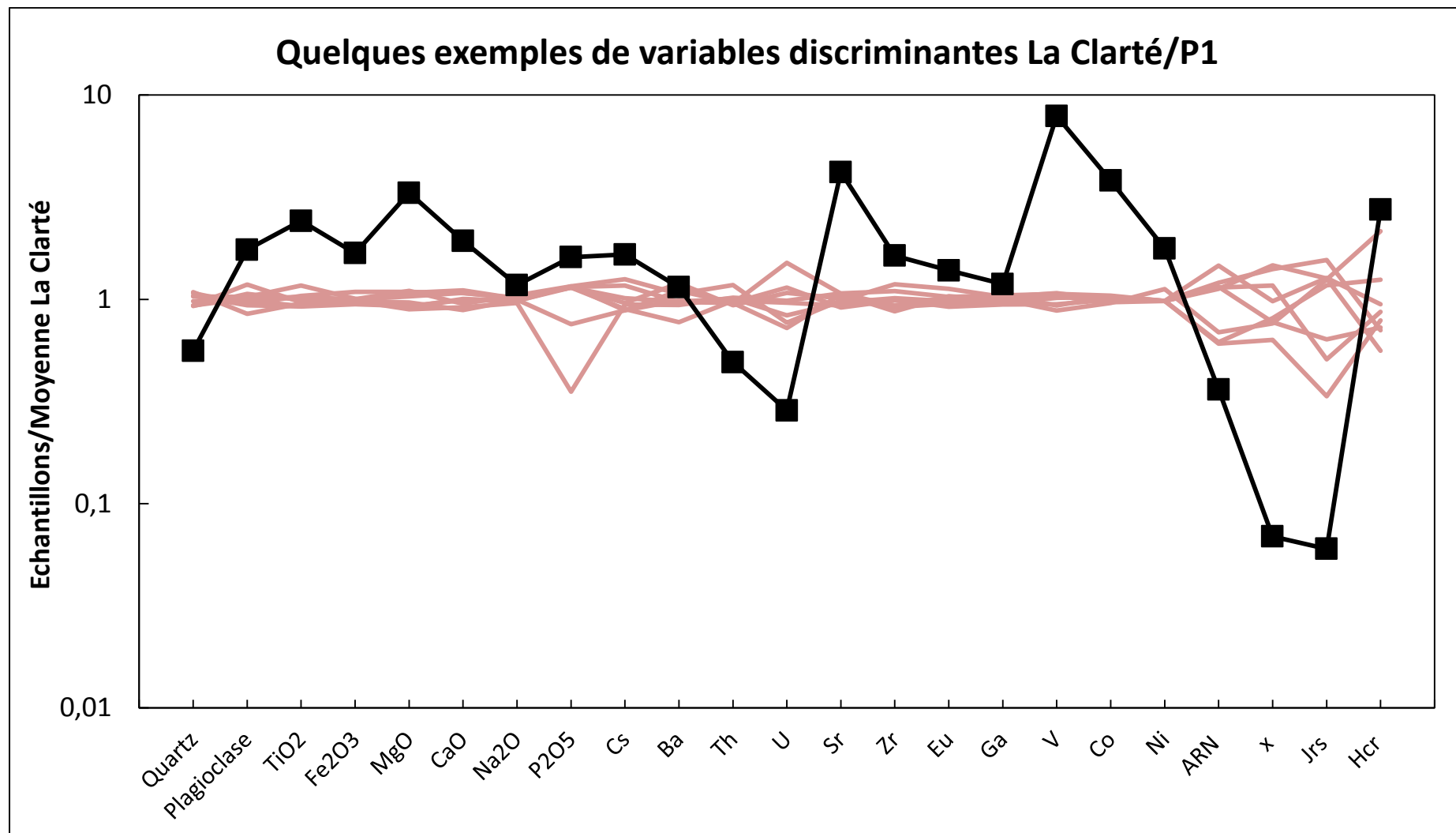


Fig. 67 : Spectres normalisés de quelques variables discriminantes entre le granit rose de La Clarté (spectres roses) et l'échantillon P1 (spectre noir) correspondant au faciès pétrologique « Traouiéros ».

6. Caractérisation et comparaison du granit commercial étranger Porriño (Espagne) équivalent du granit rose de La Clarté

6.1. Comparaison pétrographique

L'échantillon Porriño est une roche de couleur rose pâle à rose hétérogranulaire (les tailles de grains sont de l'ordre du centimètre pour les grains de feldspaths et de l'ordre du millimètre pour les biotites ; Fig. 57). Il est constitué de plagioclase (oligoclase) sub-automorphe peu zoné et très altéré, quartz, feldspath alcalin (microcline perthitique), biotite avec inclusions de zircon et d'apatite et de hornblende un peu brune. Le quartz est xénomorphe. Il se compose de grosses plages de monograins ou de plusieurs sous-grains (Planche V, Photo A). Le microcline perthitique (Planche V, Photo B) est xénomorphe. Les bourgeons de myrmékite sont peu présents dans la lame mince (Planche V, Photo B). La biotite est subautomorphe. Elle est de couleur verdâtre. Elle présente des inclusions de zircons, de minéraux opaques et d'apatite (Planche V, Photos D et E). La hornblende verte est présente en faibles quantités (Planche V, Photo F). Les minéraux accessoires (apatite, minéraux opaques et zircons) sont peu nombreux. Des veines soulignées par un liseré de calcite et des pseudomorphoses métamictisées d'allanite sont aussi présentes. Les minéraux secondaires sont les produits de l'altération du feldspath plagioclase (damourite) et de la biotite (chlorite). La composition minéralogique de l'échantillon Porriño atteste d'un mode monzogranitique, r étant égal à 43,5 (Fig. 53). Cet échantillon est caractérisé par des valeurs égales à : quartz = 31,5 vol%, feldspath alcalin = 35,1 vol%, feldspath plagioclase = 27,1 vol%, biotite = 5,9 vol% et accessoires = 0,6 vol%.

Cet échantillon possède ainsi les mêmes caractéristiques macroscopiques (couleur, taille de grain) et microscopiques (mêmes minéraux) que les échantillons du granit rose de La Clarté. Cependant, il peut être distingué de sa population de référence (La Clarté) par sa composition (monzogranitique pour Porriño et majoritairement syénogranitique pour La Clarté). De plus, en tenant compte des incertitudes (Annexe AI-9), il est significativement plus pauvre en feldspath alcalin (35,1 vol%) que la plupart des échantillons de La Clarté (jusqu'à 43,8 vol.%, Fig. 54). La proportion de feldspath alcalin des autres échantillons de La Clarté (~ 37,5 vol.%) est voisine, voire la même que celle de l'échantillon Porriño (35,1 vol.%). La proportion de feldspath alcalin correspond à une variable de cas B (Fig. 10). De plus, il est significativement plus riche en feldspath plagioclase (27,1 vol.%) que tous les échantillons de La Clarté (15,6-21,7 vol.%, Fig. 54). Cette variable est discriminante (cas A, Fig. 10).

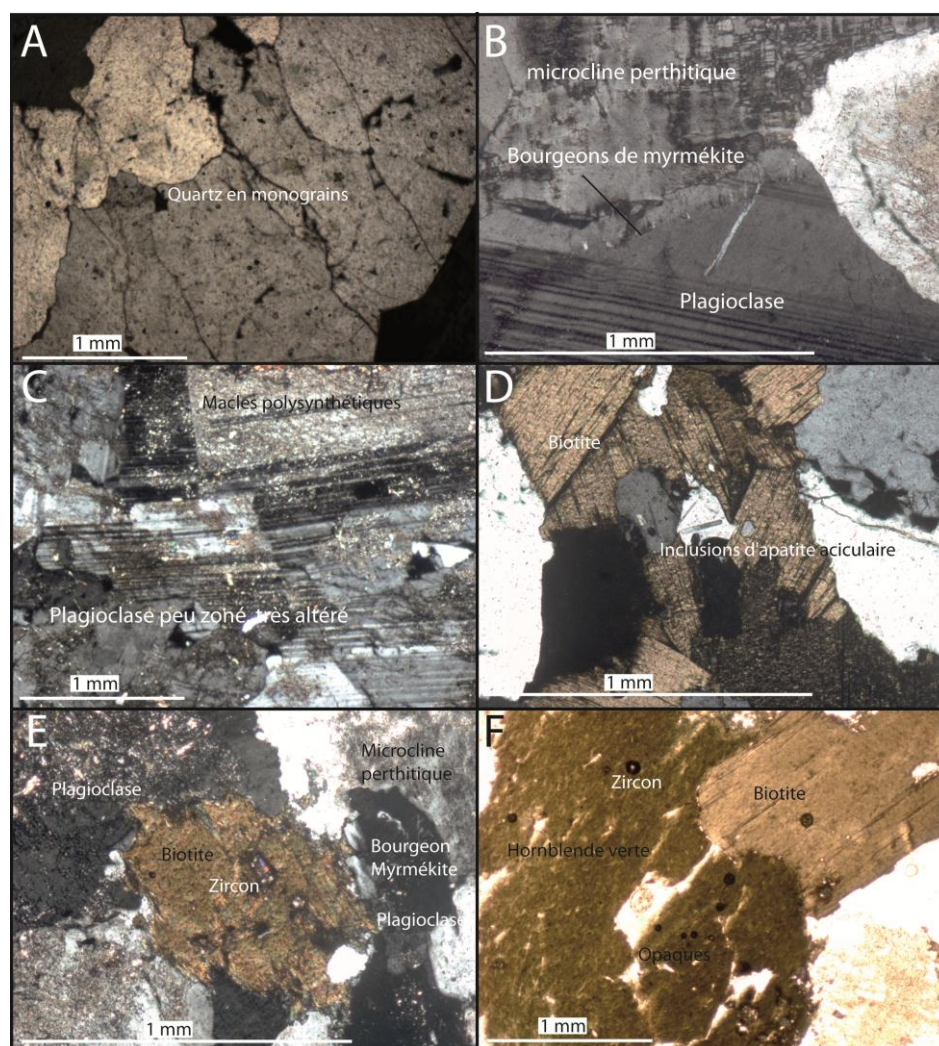


Planche V : Photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur la lame mince de l'échantillon Porriño. Légende: (A) quartz xénomorphe à contours irréguliers en grosses plages de monograins, (B) microcline perthitique, plagioclase automorphe, faiblement zoné et présence de bourgeons de myrmékite, (C) macles polysynthétiques du plagioclase, (D & E) inclusions de zircons, de minéraux opaques et d'apatite dans une biotite, (F) hornblende verte présente en rares quantités.

6.2. Comparaison géochimique

L'échantillon Porriño correspond à une roche sub-alkaline, calco-alkaline à alcali-calcique (Annexe AII-45). Il montre des caractères fortement potassique à shoshonitique, faiblement peralumineux. Il se situe dans le champ des associations ferrifères (Fig. 56 et Annexe AII-45). Aucun de ces caractères n'est discriminant pour distinguer les deux pierres analogues commercialement. En tenant compte des erreurs (Annexe AII-21), les teneurs en SiO_2 , Al_2O_3 , MnO , Na_2O , K_2O et en P_2O_5 sont similaires pour les deux analogues commerciaux (Cas C, Fig. 10 ; Fig. 57). L'échantillon Porriño est significativement plus riche en Fe_2O_3 (1,93 wt.%) mais moins riche en CaO (0,74 wt.%) que tous les échantillons de La Clarté (1,43 – 1,73 wt.% ; 0,85 – 1,06 wt.%, respectivement ; Annexe AII-26, Fig. 56, 57). Ces deux variables

sont représentatives de cas A (Fig. 10). Pour les autres éléments majeurs (TiO_2 et MgO), cet échantillon peut être considéré comme significativement différent de certains échantillons de La Clarté (Annexe AII-26, Fig. 56, 57). Par exemple, il est plus pauvre en TiO_2 (0,15 wt.%) que les échantillons de La Clarté possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation en TiO_2 (~ 0,22 wt.%). Cet échantillon possède des valeurs similaires en Terres Rares légères que celles de La Clarté (Fig. 59). Le spectre des Terres Rares montre une anomalie négative très marquée en Eu avec un rapport Eu/Eu^* égale à 0,14. Ce spectre apparaît significativement plus enrichi en Terres Rares lourdes que celles des échantillons de La Clarté (Fig. 59). Beaucoup d'éléments en traces de l'échantillon Porriño ont des valeurs en recouvrement avec celles des échantillons de La Clarté (Cas C, Fig. 10 ; Cd, Co, Cs, Cu, Ge, Hf, In, Mo, Nb, Nd, Ni, Pr, Rb, Sb, Sm, Ta, W et Zr ; Annexe AII-32, Fig. 58). Quelques éléments en traces de ce même échantillon peuvent être significativement différents de certains échantillons de La Clarté possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation d'As, Be, Ce, La, Pb et Pr (Annexe AII-32, Fig. 58) ou de l'extrémité minimale de la gamme de variation de Ba et Ga (Annexe AII-32, Fig. 58). Toutes les valeurs des autres éléments en traces différent significativement de celles des échantillons de La Clarté ; l'échantillon Porriño est plus riche en Bi, Dy, Er, Gd, Ho, Lu, Sn, Tb, Tm, Y, Yb, Zn et est plus pauvre en Cr, Eu, Sr, Th, U et V (Annexe AII-32, Fig. 58). Toutes ces variables sont des variables de cas A (Fig. 10). Enfin, les valeurs en $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et en $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ de l'échantillon Porriño sont beaucoup plus élevées (0,815249 et 0,512380, respectivement) que celles du granit de La Clarté (0,742090 et 0,748322 ; 0,512250 et 0,512289, respectivement; Fig. 60).

6.3. Comparaison magnétique

L'échantillon Porriño possède, sur 4 spécimens, des valeurs significativement plus faibles d'ARN ($4,5 \cdot 10^{-4} - 8,4 \cdot 10^{-4}$ A/m) et de χ ($5,56 \cdot 10^{-5} - 7,41 \cdot 10^{-5}$ SI ; Annexe AIII-51 ; Fig. 61, 64) que celles observées dans les échantillons de La Clarté. Cet échantillon a aussi des valeurs significativement plus faibles de Jrs ($7,89 \cdot 10^{-2} - 8,06 \cdot 10^{-2}$ A/m ; Annexe AIII-51 ; Fig. 62, 64). Ces variables magnétiques correspondent à des cas A (Fig. 10). Enfin, l'échantillon 603 présente une anisotropie magnétique plus faible à tendance « ellipsoïde aplati » (1,01-1,04 pour K_1/K_2 ; 1,01-1,04 pour K_2/K_3 et 1,02-1,08 pour K_1/K_3 ; Annexe AIII-51 ; Fig. 63).

Conclusions :

La pierre de construction de La Clarté est homogène au sein d'une même carrière, même lorsque deux faciès de construction macroscopiques sont identifiés (« Point Blanc » et « Rouge »). De plus, elle est homogène à l'échelle de plusieurs carrières situées dans une même unité géologique d'une intrusion composite (échelle d'une « intrusion commercialisée »). Il n'est donc pas possible d'assigner, à cette pierre de construction donnée :

- une provenance géographique précise à l'intérieur d'une carrière.
- une provenance géographique précise à l'intérieur d'un groupe de carrière.

Nous avons pu aussi démontrer que la pierre de construction de La Clarté possède des caractéristiques dont les gammes de variations sont plus petites ou différentes par rapport à celles des caractéristiques de l'unité géologique du même nom d'où elle est extraite et qui est constituée de deux faciès géologiques (Faciès de La Clarté 1a et de Traouiéros 1b).

Les comparaisons des caractéristiques d'un échantillon erratique de provenance inconnue (SAG 4) avec celles des échantillons du granit de La Clarté permettent de retrouver la provenance d'un échantillon.

La comparaison des caractéristiques de la pierre de construction française de référence, La Clarté, avec celles de la pierre d'origine étrangère, Porriño (Espagne), fait ressortir les traceurs discriminants entre ces deux pierres :

- traceurs minéralogiques (composition modale, pourcentage de feldspath alcalin et plagioclase)
- traceurs géochimiques (certains éléments majeurs, beaucoup d'éléments en traces, isotopes)
- traceurs magnétiques (ARN, χ , Jrs)

Dans ce cas de comparaison, toutes les méthodes, utilisées seules, apparaissent discriminantes pour différencier (et donc identifier) cette pierre de construction française d'un de ses analogues commerciaux étrangers. Dans le cas d'une expertise de provenance d'une pierre de construction de type granit rose, et d'une problématique Porriño versus La Clarté, ces traceurs seront suffisants et discriminants.

En conclusion, différencier une pierre de construction de type rose de La Clarté dans le cadre d'une comparaison avec un échantillon Porriño est possible (Fig. 68).

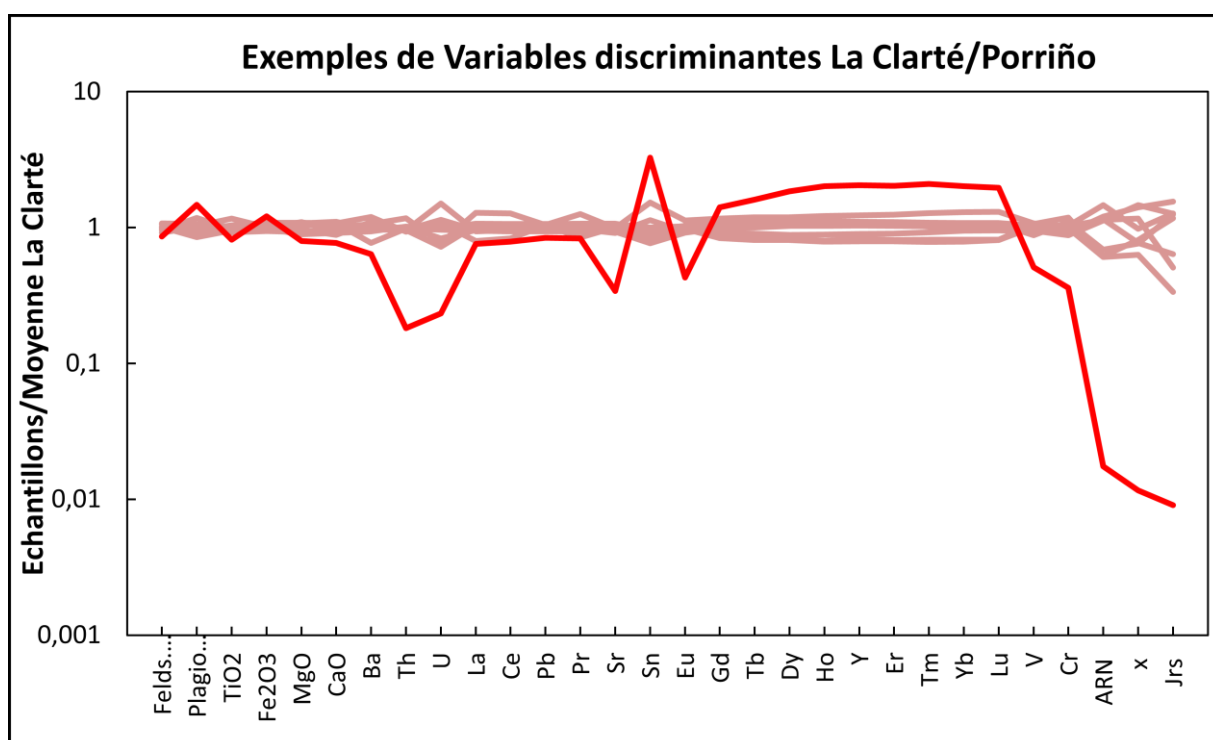


Fig. 68 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le granit rose de La Clarté (en rose) et l'échantillon Porriño (en rouge).

Chapitre 3.
Les granits
gris bleu de Louvigné
et bleu de Lanhélin

La démarche suivie dans ce dernier chapitre, concernant la caractérisation des pierres de construction de type granitique, est strictement identique à celle présentée dans le chapitre précédent. Ce présent chapitre permet de comparer les caractéristiques d'échantillons provenant de différentes carrières exploitées dans une même intrusion et exploitées dans deux intrusions différentes du même batholite. Les différents objectifs de ce chapitre sont : (1) tester comment les variables pétrologiques, géochimiques et géophysiques pourraient être utilisés pour les caractérisations de ces deux pierres de construction, (2) tester comment les caractérisations pourrait être utilisées pour retrouver la provenance d'échantillons dont l'origine géographique est incertaine et (3) définir quelles variables sont pertinentes pour différencier ces deux pierres françaises de leurs analogues étrangères. L'essentiel du présent chapitre fait l'objet d'une publication qui est incorporée ici dans la forme où elle a été soumise, mais le chapitre en complète le contenu.

1. Introduction

Les granits de Louvigné et de Lanhélin sont extraits dans les communes du même nom, situées toutes les deux dans le département d'Ille-et-Vilaine (Bretagne). Pour rappel, la région Bretagne est la deuxième zone d'extraction de granit en France (cf. *Chapitre précédent*). L'Ille-et-Vilaine est le premier département producteur de pierres de construction en Bretagne avec un chiffre d'affaires d'environ 358 000€ (UNICEM-SN-ROC, 2009). Il représente 78% de l'activité granitière des quatre départements bretons (Côtes d'Armor 15%, Morbihan 4% et Finistère 3% ; Cucarull, 2001). Plusieurs types de granit sont exploités dans ce département depuis au moins 1896 (Cucarull, 2001), parmi eux, le granit bleu de Lanhélin et le granit gris bleu de Louvigné (nos deux cibles) appartiennent au Batholithe Mancellien (cf. *Contextes Géologiques et d'Exploitation*). Le granit bleu de type Lanhélin est spécifique de la partie occidentale de l'intrusion de Lanhélin. Le granit gris-bleu de type Louvigné forme la partie occidentale de l'intrusion de Louvigné où elle est exploitée.

Les ouvrages réalisés en granits de Louvigné et de Lanhélin ne se cantonnent pas uniquement en France mais aussi à l'étranger : l'immeuble des bureaux de la Citibank à Bruxelles (Belgique), la place de l'Hôtel de Ville de Copenhague (Danemark), les aménagements de la Banque de Chine à Hong-Kong (Chine) ou encore les abords de la gare routière de Lubeck (Allemagne ; <http://www.granitbreton.fr>).

L'échantillonnage du granit gris bleu de Louvigné a été effectué dans cinq carrières appartenant à cinq entreprises : la Générale du Granit, Rault Granit, Rocher Baron, Rébillon Granit, et Graniouest. Celui du granit bleu de Lanhélin concerne trois entreprises d'extraction : La Socal, Hignard Granit et Graniouest. Ces carrières sont nos carrières cibles pour la

caractérisation des deux granits de Louvigné et de Lanhélin puisqu'elles exploitent uniquement ces variétés commerciales.

Comme ailleurs, quelques particularités et hétérogénéités macroscopiques ont pu être observées dans les carrières du granit gris bleu de Louvigné : des filons d'aplite-pegmatite peu abondants (Fig. 69A), des cristaux ou des amas de pyrite observés sur certains blocs équarris (Fig. 69B) et la présence d'enclaves variées et nombreuses.

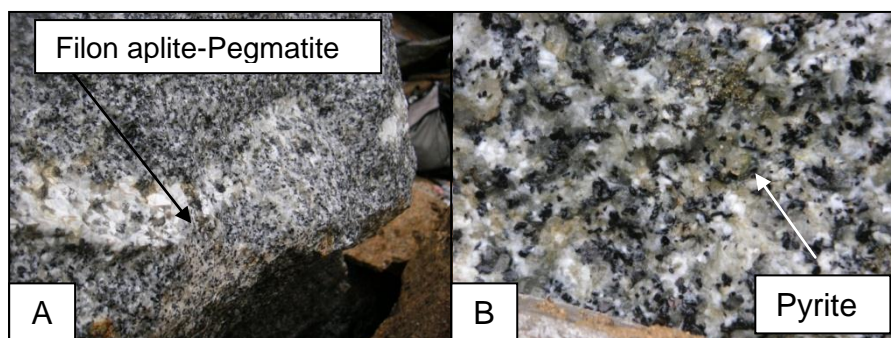


Fig. 69 : Illustrations (A) d'un filon d'aplite-pegmatite dans la roche et de (B) cristaux de pyrite présente dans la roche (carrière Générale du Granit).

Des filons de dolérite d'épaisseur métrique à plurimétrique (N-S à N20) et des zones cataclasées larges de quelques centimètres recoupent le granit bleu de Lanhélin (Fig. 70). Des enclaves microgrenues ou plus rarement surmicacées et parfois riches en pyrite sont visibles dans le faciès granit bleu de Lanhélin (Fig. 71). Localement le granit lui-même est riche en pyrite.

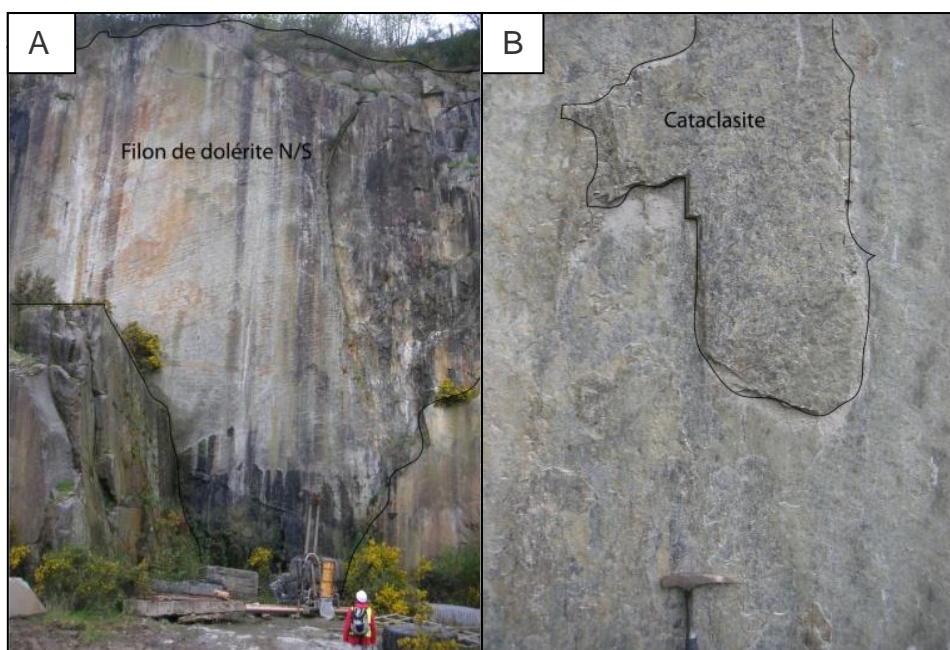


Fig. 70 : (A) Filons de dolérite d'orientation N/S. (B) Zones cataclasées présentes sur le granit de Lanhélin (carrière Hignard Granit).

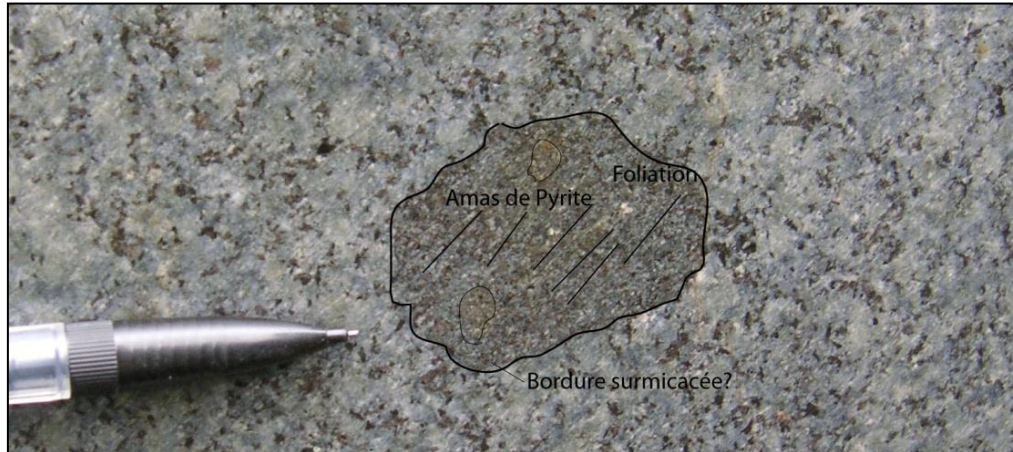


Fig. 71 : Enclave contenant des amas de pyrite dans le granit bleu de Lanhélin (carrière Hignard Granit).

La plupart de ces hétérogénéités dans les granits de Louvigné et de Lanhélin ne forment pas des faciès commerciaux; on ne les trouve pas sur le marché. C'est le cas des faciès pegmatitiques, des faciès cataclasés et/ou trop riches en pyrite. Ce n'est pas le cas des enclaves, surtout lorsqu'elles sont de petite taille. Nous avons échantillonné les faciès les plus commercialisés sans considérer les hétérogénéités qui ne font pas partie des blocs commercialisables. Dix-huit échantillons ont été collectés directement sur les fronts de taille des carrières de Louvigné et huit échantillons sur ceux des carrières de Lanhélin (Fig. 72 et 73). Les échantillons ont été prélevés à différents paliers des carrières (Fig. 72 et 73). Notre échantillonnage peut être considéré comme représentatif des deux pierres de construction commercialisées et couvre la potentielle variabilité sur l'ensemble des zones d'exploitation.



Fig. 72 : (A) Panorama de la carrière de la Générale du Granit (échantillons nommés LG), (B) Panorama de la carrière de Rault Granit (échantillons nommés LR), (C) Panorama de la carrière Rocher Baron (échantillons nommés LRBN), (D) Zone de prélèvement de la carrière Granits Rébillon, (échantillons nommés LRB) (E) Panorama de la carrière Graniouest (échantillons nommés LGOT) et (F) Zoom d'une partie de la carrière. Les étoiles correspondent à l'emplacement des prélèvements d'échantillons.

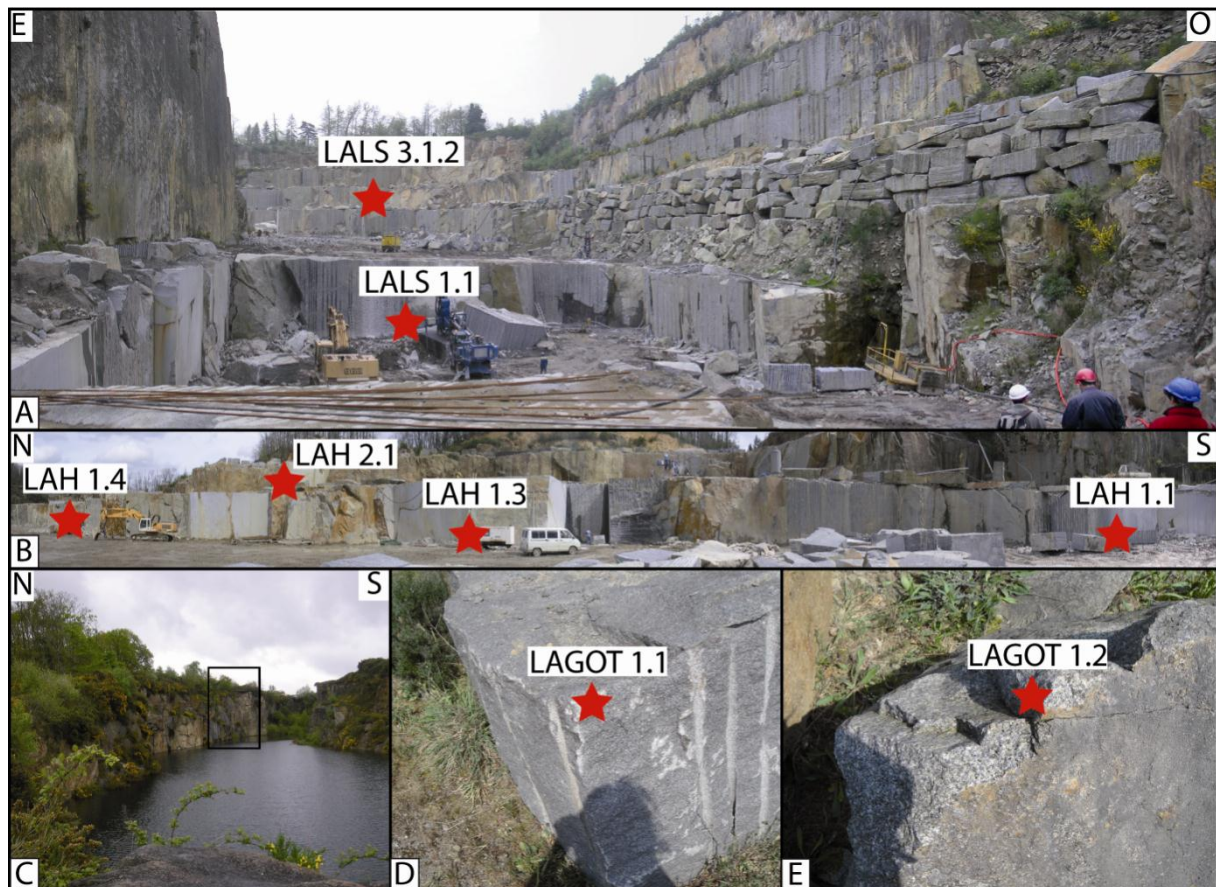


Fig. 73 : (A) Panorama de la carrière de La Social (échantillons nommés LALS), (B) Panorama de la carrière de Hignard Granit (échantillons nommés LAH), (C) Panorama de la carrière Graniouest (échantillons nommés LAGOT) (encadré noir : zone d'extraction des blocs dont sont issus nos échantillons), (D et E) Prélèvements d'échantillons sur des blocs extraits de la zone de la carrière encadrée en noir sur la Fig. C. Les étoiles correspondent à l'emplacement des prélèvements d'échantillons.

2. Caractérisation, validation de la caractérisation et comparaisons avec deux pierres étrangères, analogues commerciaux, QE et 654

Article soumis à Engineering Geology le 6 décembre 2011

Dans cet article, nous comparons les caractéristiques des pierres de constructions de Louvigné et de Lanhélin : (1) entre elles, (2) à celles de quatre échantillons erratiques de provenance incertaine, mais supposés provenir soit de Louvigné soit de Lanhélin, et (3) à celles de l'un des leurs analogues commerciaux étrangers.

La partie « 6.3. Implications » de cet article concerne des implications générales qui sont reprises et discutées dans le *Chapitre 8. Etablissement du protocole analytique* et dans le *Chapitre 9. Discussion générale*.

Fingerprinting the provenance of building stones: A case study on the Louvigné and Lanhélin granitic rocks (Armorican Massif, France).

Malfilatre C.^{a,*}, Hallot E.^a, Boulvais P.^a, Poujol M.^a, Chauvin A.^a, Dabard M.-P.^a, Bourquin S.^a, Pallix D.^b and Gapais D.^a.

^a Geosciences Rennes. UMR CNRS 6118, Université de Rennes 1, Campus de Beaulieu, 35042 Rennes, France. 02 23 23 56 41 02 23

^b Centre Technique de Matériaux Naturels de Construction. 17 rue Letellier, 75015 Paris, France

*claudine.malfilatre@univ-rennes1.fr

ABSTRACT

Two examples of granitic building stones from Brittany (western France) commercialised under the names of “gray-blue from Louvigné” and “blue from Lanhélin” are characterised in order to explore how the provenance of a building stone, coming from a given construction site or monument, can be traced back with a maximum of confidence. For this purpose, petrographical, geochemical and magnetic characteristics, representing up to 70 quantitative variables plus a few qualitative ones, are compiled for a total of 32 samples. Then, we compare the Lanhélin and the Louvigné rock characteristics (i) to each other's, (ii) to those from four randomly selected samples of uncertain provenance but assumed to come from either Louvigné or Lanhélin, and (iii) to those from one of their respective foreign commercial counterparts. Our results show that discriminative variables differ from one case of comparison to the other, indicating that, in most cases, a combination of various tools and variables will be required to unequivocally fingerprint the origin of granitic stones. Where several quarries are mining a single geological unit within a composite intrusion, we evidence that the provenance of a granitic rock can be defined at the scale of the intrusion, but not at the scale of a quarry. This work also shows that two building stones coming from two different intrusions from the same batholith can be distinguished. We thus conclude that the provenance of any granitic building stone ought to be precisely identifiable if the intrinsic variability of a population of samples representative of that stone has been previously estimated. The construction of database for building stone identity cards is a first step if industrials wish official labels guaranteeing stone provenance to be available.

Keywords:

Granitic rocks, building stones, labels of provenance, petro-geochemistry, magnetic properties, Armorican Massif

Highlights:

Multi-method characterisation of granitic building stones to fingerprint their provenance.

Analyse of the spatial scale relevant to define a building stone, from two examples.

Identity cards of commercial building stones from more than 70 variables.

Discussion of variables and tools useful to distinguish or prove similar building stones.

A first step to make available industrial labels guaranteeing building stone provenance.

1. Introduction

The business of building stones represents a significant economic activity worldwide (e.g. in 2010, French turnover was around 629 M€). The stone workmanship is increasingly used in the industry, mainly for the construction and the renovation of buildings or historical monuments, as well as for tombstones and public roads. Massive international exchanges do occur, leading to an increasing international competition. In such a context, French managers of construction businesses have identified and are therefore using commercial “analogues” of some specific rock types. Although they usually come from overseas, these analogues remain cheaper than the specific original stones extracted locally at higher costs. They resemble the original rocks but for geologists and most of the stone-working professionals, especially the quarrymen, the analogy is often crude. Indeed, careful examinations of the textures and mineralogical contents are often sufficient to distinguish an original building stone from its cheaper commercial analogue.

Nevertheless, for security, durability and/or esthetical reasons, it is important to be certain of the geographic origin of some of the rocks used in the industry, especially when the overall quality of the product has to be guaranteed and/or certified. Indeed, cheaper foreign analogues of specific rocks do not necessarily bear the same physical and chemical properties (mechanical resistance, durability) than their genuine counterparts. Within the framework of stone certification, it is therefore critical to develop quantitative methods for the characterisation of building stones in order to fingerprint their geographic provenance, which remains the sole guarantee of their qualities and overall properties. Such a characterisation should be based on the ranges of property variations not only useful to define a given building stone but also helpful to discriminate stones from different provenances. For industrial applications, a thoughtful characterisation is fundamental to unambiguously determine which features are discriminative enough to fingerprint the provenance of a given building stone. An

example of such applications is the case of an expertise initiated in order to certify that all the stones used on a working place are coming from the same, assumed provenance, as indicated on the commercial product. Archaeological and historical monuments represent two domains of applications where fingerprinting the provenance of stones is usually required (e.g. Chauris, 1993; Galán et al., 1999; Degryse et al., 2003; Liritzis et al., 2008; Fort et al., 2010), while industrial applications (e.g. Malfilatre et al., submitted) remain sparse.

This paper deals with granitic building stones. In classical geological studies, the characterisation and discrimination of magmatic rocks are based on petrological interpretations from petrographical observations and rock geochemistry performed on all the rock types found as magmatic associations in a given intrusion (e.g. Philpotts, 1990; Best and Christiansen, 2000). Here, as only one (or a few) commercialised rock type has to be examined per intrusion, the approach is necessarily different. In addition, from a basic petrological point of view, it is known that if some granitic rocks are issued from magmas that strictly shared common sources, differentiation processes, crystallisation conditions and ages, the classical petro-geochemical tools alone (such as modal analysis, major, trace elements and isotopic compositions) will not be able to discriminate granitic rocks when mined at different locations. Therefore, we need to define a general approach involving additional potentially discriminative tools. Magnetic properties (Natural Remanent Magnetisation, magnetic susceptibility, Isotherm Remanent Magnetisation and Anisotropy of Magnetic Susceptibility), which are known to vary significantly in granitic rocks (e.g. Bouchez, 2000; Otofui et al., 2000), are thus also studied in this work.

Our study focuses on two examples of granitic rocks from Brittany (Western France, Armorican Massif) corresponding to the “gray blue” Louvigné and the “blue” Lanhélin building stones. These products are widely used in constructions and as pavement and face significant international competition with some commercial analogues coming from Spain and China, respectively.

The goals of this work are to test how classical petrological, geochemical and geophysical tools might be used in order to: (i) provide, from two reference populations of samples, a quantitative characterisation of the two granitic building stones from Brittany, (ii) test how such a characterisation may be used to recover the provenance of building stones by using four erratic samples of uncertain geographic origin, but suspected to come from the Louvigné or the Lanhélin quarries, and (iii) compare our reference populations to their respective foreign analogues. In doing so, we discuss the spatial scales over which granitic building

stones can be precisely defined and highlight some of the variables relevant to discriminate them. Possible extensions of this work, towards a more general methodological approach and the establishment of new labels of building stone provenance, are also briefly discussed.

2. Geological setting of the Louvigné and Lanhélin granitic rocks

In northern Brittany, the Louvigné and Lanhélin intrusions belong to the Mancelian Batholith, a late Precambrian - early Palaeozoic group of intrusions forming several coeval granitic plutons (Fig.1). These plutons are intrusive into Neoproterozoic (Brioverian) sedimentary rocks and unconformably overlain by Cambrian sediments (Berthois, 1935; Chauris, 1956; Jonin, 1973, 1981), which are as old as late Terreneuvian, during the Lower Cambrian (Doré et al., 1984; stratigraphic correlation from Rushton et al., 2011). Available geochronological data on some of these plutons are U/Pb monazite ages of 547 ± 10 Ma and 542 ± 9 Ma (Pasteels and Doré, 1982), a Rb/Sr isochron that yielded an age of 521 ± 11 Ma (Autran et al., 1983) and $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ cooling ages on muscovites around 530 Ma (D’Lemos et al., 1990). Isotropic textures of the rocks suggest that the crystallisation of the magmas followed the main deformation events during the Cadomian orogeny (Ballèvre et al. 2001; Chantaine et al. 2001). The rocks were later deformed in the brittle field during the Hercynian (Variscan) events. A Palaeozoic N-S doleritic dyke complex also cuts across the batholith (Le Gall, 1999).

Plutons are composite, mostly composed of granodiorite, granite and leucogranite (Jonin 1981). Three types of granodiorite are still mined today to provide building stones. The biotite-cordierite Vire type granodiorite is ubiquitous within the batholith while the “blue” Lanhélin type granodiorite is specific to the western part of the Lanhélin intrusion (Fig. 1). The “gray-blue” Louvigné type granodiorite is found in the western part of the Louvigné intrusion (Fig. 1) and on the eastern edge of the Lanhélin intrusion (Jonin, 1981), although it is only mined in the Louvigné intrusion.

The Mancelian rocks form peraluminous, calc-alkaline strongly potassic associations (Jonin, 1981; Brown and D’Lemos, 1991). Their peraluminous character indicates that a significant amount of continental crust was involved in the source of the magmas (Brown and D’Lemos, 1991). A few gabbro occurrences (Le Gall and Mary, 1983; Le Gall and Barrat, 1987), as well as mafic microgranular enclaves in the granitic rocks (Jonin, 1981), indicate that the mantle was also involved in the magma source (Brown and D’Lemos, 1991). The magmas possibly

formed in a context of post-orogenic extension that affected North Brittany during the late Precambrian-early Cambrian periods (Ballèvre et al., 2001).

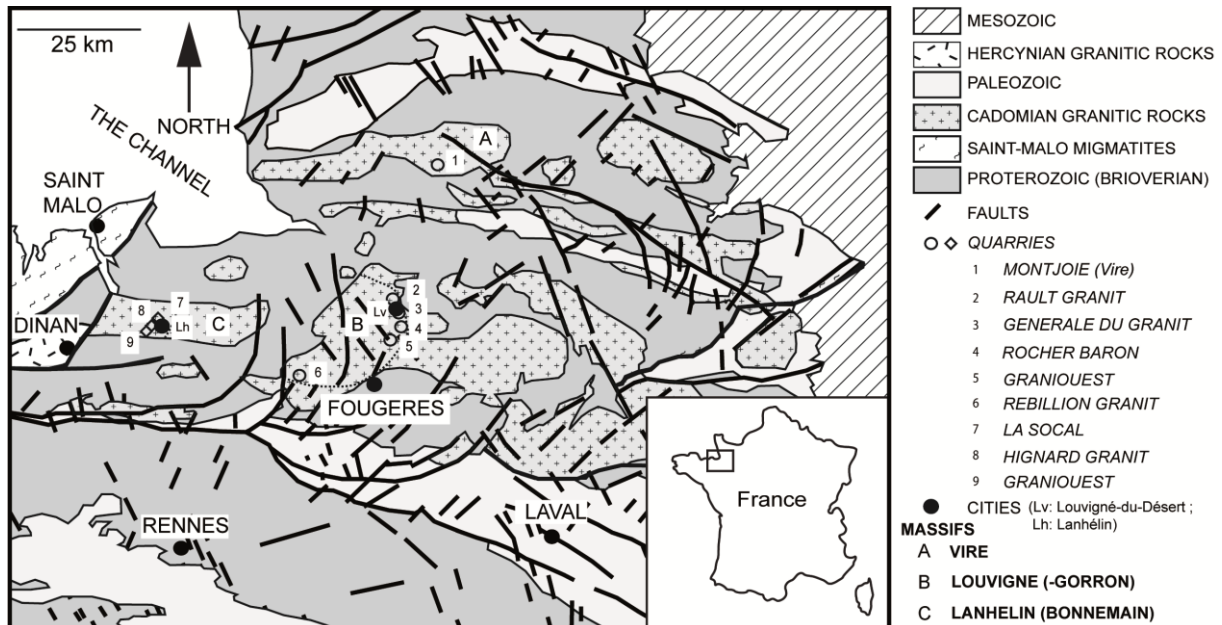


Fig. 1: Simplified geological map of the Mancelian Batholith (Armorican Massif) and locations of the sampled quarries in the Louvigné and Lanhélin intrusions (redrawn from Berthois, 1935 and Jonin, 1969, 1973, 1981).

3. Strategy

In the Mancelian Batholith, nine main companies are presently mining granitic rocks, especially in the Louvigné and Lanhélin intrusions, which concentrate eight active quarries (Fig. 1). Our strategy was to perform a sampling as exhaustive as possible of the marketable building stones extracted in these quarries, in order to constitute two reference populations of samples. Depending on the size of each quarry, on the accessibility and on the degree of macroscopic heterogeneity of the rocks extracted for production, two to seven samples were collected per quarry. Given that the two commercialised rock types appear macroscopically rather homogeneous (Fig. 2A and B), eighteen samples from five quarries for Louvigné and eight samples from three quarries for Lanhélin (Table 1) were then selected as representative of the intrinsic variability of both rock types. Associated rocks that did not macroscopically match the commercial types of building stones were systematically discarded. Sampling was constructively assisted by quarrymen who ensured that it was representative of the stones extracted from each quarry. Where possible, some samples were collected at different levels and/or in different parts of the quarries to test the homogeneity of the building stones, either at the scale of individual quarries or at the scale of a group of quarries. Such a sampling is therefore suitable to address the issue of defining at which spatial scale a granitic building

stone can be defined and considered as homogeneous. It enables to compare the characteristics of samples from different quarries mining the same intrusion or samples mined in different intrusions of the same batholith.

The same analytical methods were systematically performed on all the samples from the Louvigné and Lanhélin quarries. The analytical strategy was to select state-of-the-art methods used routinely, so that the procedures may be repeated as easily as possible. Samples were petrographically characterised from the outcrop to the microscopic scale. Specifically, rock textures (e.g. enclave nature and content, grain size), nature and relative proportions (modes) of the mineralogical contents were described. Geochemical analyses (major and trace elements, Sr and Nd radiogenic isotopes) and diverse magnetic property measurements (Natural Remanent Magnetisation, magnetic susceptibility, Isotherm Remanent Magnetisation and Anisotropy of Magnetic Susceptibility), were also performed on each sample. The final dataset is thus homogeneous and suitable for comparisons at the different scales (i.e. individual quarry or group of quarries, either from the same intrusion or from different intrusions). In addition, duplicate analyses have been performed on some samples, and/or on different parts of the same hand sample so that our strategy is also appropriate to explore the intrinsic variability of a rock at the scale of a single hand sample.

Beside samples used to characterise the Louvigné and Lanhélin building stones, four other samples, the provenance of which is uncertain (samples LOUV, LGOTBE, LALS and PLT), have been randomly collected (Table 1). As these samples were suspected to belong to either the Louvigné or the Lanhélin reference populations, they are referred to as erratic samples, and used in order to examine how their geographic provenance can be traced back. Samples LOUV and PLT have been collected in the La Générale du Granit factory and in downtown Rennes (Place du Parlement de Bretagne), respectively. Both correspond to commercialised building stones. The others (LGOTBE and LALS) were abandoned stones in quarries (Graniouest-Louvigné and La Socal-Lanhélin, respectively). As quarrymen are used to discard stones of poorer quality, it is not clear whether or not these two samples would have been considered as marketable building stones.

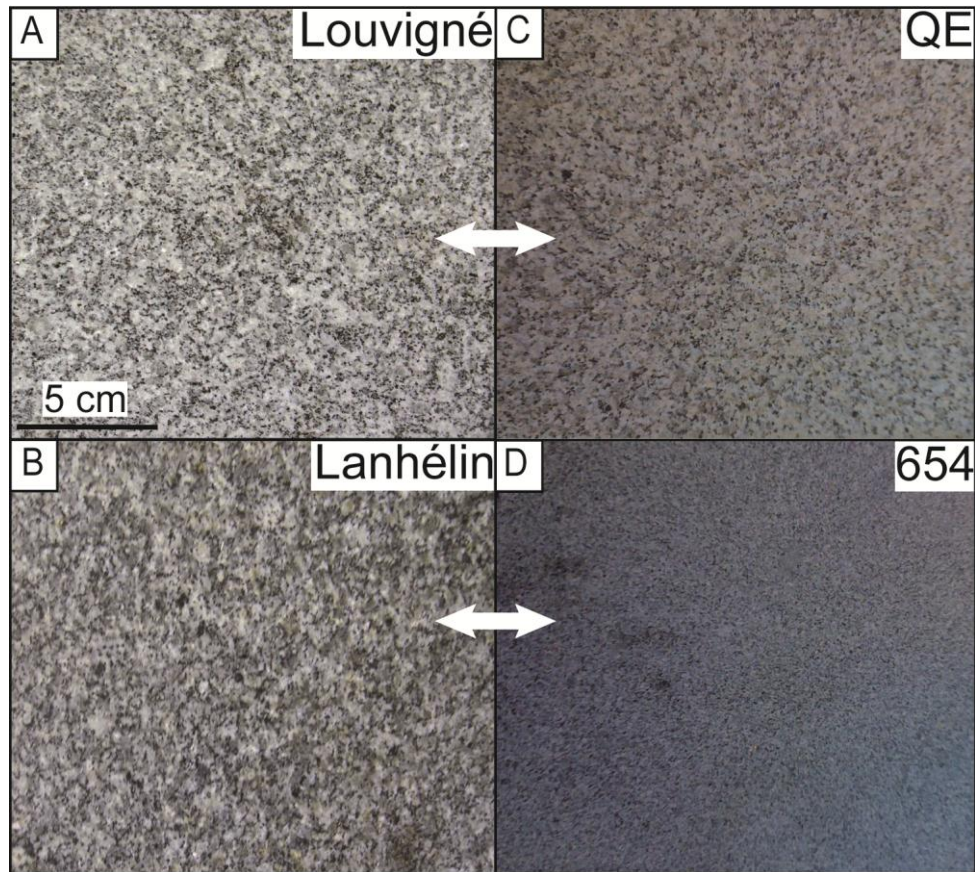


Fig. 2: Photographs showing macroscopic appearances of selected samples representative of the studied commercial building stones (same light and scale). (A) "gray-blue" from Louvigné, (B) "blue" from Lanhélin, (C) "gray-white" QE sample, Spanish commercial analogue to the Louvigné rock type, and (D) "blue" 654 sample, Chinese commercial analogue to the Lanhélin rock type.

In the marketplace, the "gray blue" Louvigné and the "blue" Lanhélin rock types have several foreign commercial analogues. Two samples of these analogues have been studied. The studied analogue of the Louvigné rock type (sample QE, Fig. 2C) originates from the Los Pedroches Batholith (Sierra Morena, central Spain; see Capdevila et al., 1973; Defalque et al., 1992; Carracedo et al., 2009). The studied analogue of the Lanhélin rock type (sample 654, Fig. 2D) comes from the Zhangzhou intrusive complex (Fujian province, southeastern China; see Xu et al., 1999; Li, 2000; Chen et al., 2002).

Samples	Intrusions	Quarries
LG1.1 LG2.1 LG4.1	Louvigné	Générale du Granit (LG) 48°27'54.65"N 1° 7'12.33"W
LR1.1 LR1.2 LR2.2 LR4.1		Rault Granit (LR) 48°30'3.69"N 1° 8'25.35"W
LGOT1.1 LGOT1.1.C LGOT1.1.Bis LGOT1.2 LGOT1.2.C LGOT1.3H LGOT1.3B		Graniouest (LGOT) 48°26'18.59"N 1° 9'1.41"W
LRB 1.1 LRB 1.2		Rébellion Granit (LRB) 48°21'35.47"N 1°25'41.82"W
LRBN 1.1 LRBN 1.2		Rocher Baron (LRBN) 48°26'28.50"N 1° 6'24.77"W
LAH1.1 LAH1.3 LAH1.4 LAH2.1		Hignard Granit (LAH) 48°27'12.41"N 1°50'49.91"W
LALS 1.1 LALS3.1.2		La Socal (LALS) 48°28'2.85"N 1°49'48.86"W
LAGOT1.1 LAGOT1.2		Graniouest (LAGOT) 48°26'46.98"N 1°51'48.42"W

Samples	Location	Supposed Provenance
LOUV	Générale du Granit	Louvigné
LGOTBE	Graniouest	Louvigné
PLT	Place du Parlement de Bretagne, Rennes	Louvigné
LALS	La Socal	Lanhélin

Samples	Batholiths	Quarries
QE	Los Pedroches, Spain	unkown
654	Fujian Province, China	unkown

Table 1: Sample labels and locations in the Louvigné and Lanhélin quarries (identified by company names), the two reference populations of samples of this study. Labels and supposed provenance of erratic samples and provenance of foreign commercial analogues of Louvigné and Lanhélin building stones are also shown.

The final dataset is comprehensive and exhibit several qualitative and quantitative variables characterising the petrography, the geochemistry and the magnetism of each sample. During any comparison, but especially for comparisons between two groups of samples, one expects that each quantitative variable behave following one of three possible basic cases (Fig.3). Some of the variables will be fully discriminative since their ranges of variations do not overlap (Case A, Fig. 3). They can thus be considered as pertinent markers to differentiate building stones. For some others, which will be only partly discriminative, the ranges of variations partly overlap (Case B, Fig. 3). The pertinence of such variables as markers only concern samples exhibiting extreme values outside the overlapping ranges of variations. In the third case, the overlapping ranges of variations preclude the use of such variables as relevant markers to differentiate building stones (Case C, Fig. 3). In contrast, those are, of course, essential to establish similarities between building stones that are needed in attempting to accurately recover the provenance of a rock.

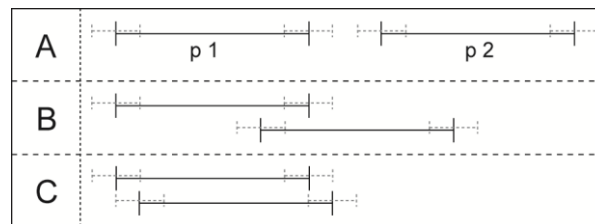


Fig.3: Basic schemes illustrating possible behaviours of quantitative variables during comparisons of variation ranges of values (black lines) characterising two populations of samples (p1 and p2). Gray lines represent errors bars for a given variable and representative of a sample (taking into account both analytical uncertainties and intrinsic variability at the sample scale, Table 2). (A) a discriminative variable, (B) a partly discriminative variable, and (C) an indiscriminative variable.

4. Analytical Methods

4.1. Enclave natures and densities

As in many granitic rocks worldwide (e.g. Didier and Barbarin, 1991), three main types of enclaves are found in the Mancelian rocks (Jonin, 1981): (1) xenoliths of hornfels, characterised by angular shapes; (2) microgranular enclaves that are usually more mafic than their granitic host rocks, exhibit rounded shapes and relate to magma mingling, and (3) surmicaceous enclaves and clots that possibly correspond to restitic crustal partial melting residues. The nature and the relative proportions of the enclaves were observed to vary from

the Louvigné to the Lanhélin rocks, so that these characters may be helpful to distinguish between the two rock types.

We define the enclave density as the number of enclaves per square metre. Enclaves were counted independently of their nature directly on quarry working faces, forming relatively smooth surfaces left by diamond wires used to cut blocks. Photographs of surfaces taken in the field were also used. Enclaves which were smaller than 2 cm were not counted. Eight surfaces representing a cumulative area of 291.5 m² have been counted for Louvigné and three surfaces for a total of 139.2 m² for Lanhélin. The down side of this approach is that large surfaces are necessary in order to obtain representative results.

4.2. *Mineralogy and modal analysis*

The mineralogical content of each sample was determined from optical observations on thin sections. Modal analyses were performed by point counting following a standard procedure (Chayes, 1954; Whitten, 1961; Link and Koch, 1962): 4000 points per thin section (30×45 mm²) were counted, above or in the range of the recommendations according to the mean grain size of the samples (Exley, 1963; Neilson and Brockman, 1977). Some thin sections were coloured by selective staining of feldspars (Laniz and al., 1964). In order to estimate the uncertainties on modes, repeated analyses were performed by two distinct operators for most of the thin sections. In addition, the intrinsic variability of the modes at the sample scale was estimated from analyses of ten thin sections, serially spaced by about 1 cm in sample LRBN1.1.T (Louvigné).

4.3. *Chemical analysis*

For chemical analyses, fresh and large samples (5 to 10 kg) were crushed into gravel size chips, subsequently quartered and finally a fraction (ca. 50 g per sample) was reduced into a fine powder using an agate mortar. When possible, the enclaves were removed, only some of the smallest, below 0.5 cm in size, may have been crushed with the granitic rock. In addition, three samples (LRBN 1.1, LRBN1.2 and LALS1.1) have been quartered and crushed twice in order to verify the homogeneity of the produced powders.

Rock powder analyses were performed by the Service d'Analyse des Roches et des Minéraux (SARM ; CRPG-CNRS, Nancy, France) using ICP-AES for major elements and ICP-MS for

trace elements. Sr and Nd isotope analyses were performed on 100 mg of rock powders using the 7-collectors Finnigan MAT-262 mass spectrometer available at Géosciences Rennes. Powders were dissolved twice in a mixture of concentrate HF – HNO₃ acids. After five days of dilution, the solution was evaporated to dryness and then taken up in 6 N HCl acid for two days. They were then dried and taken up with concentrated HCl 2.5N and loaded on cationic exchange chromatography using AG50W – X8 resin to collect the Rare Earth Elements (REE) fractions on one hand and Sr and Rb on the other hand. The REE fractions were then purified, and Sm and Nd were isolated using a secondary column loaded with Eichrom Ln resin. Sr was separated with the Spec resin. During the analytical session, measurements of the AMES Nd standard gave a mean $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratio of 0.511957 ± 3.10^{-6} (n=18), and analyses of the NBS-987 Sr standard yielded a mean $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ratio of 0.710183 ± 10.10^{-6} (n=18). Blanks values for Nd and Sr were < 300 pg and therefore no further corrections were made.

4.4. *Magnetic properties*

Magnetic properties were measured on standard cylindrical specimens, 2.5 cm in diameter and 2 cm long. Several specimens (3 to 25) were systematically cored in each sample in order to estimate the variability of the sample magnetic properties. In samples, specimens were in the form of individual cores or portions of the same long cores. Specimens with visible enclaves were not considered.

Magnetic properties were measured at Géosciences Rennes. Natural Remanent Magnetisation (NRM) was measured using a 2G cryogenic magnetometer. Isotherm Remanent Magnetisation (IRM) backfields curves were obtained using an ASC Scientific impulse magnetizer to obtain the Saturation Remanent Magnetisation value (J_{rs}) and the Remanent Coercive Field value (H_{cr}). Low-field magnetic susceptibility (χ) was measured using a Bartington susceptibility meter. Anisotropy of Magnetic Susceptibility (AMS) was obtained using a KLY-3 Agico susceptibility meter to obtain the shape of the AMS tensor defined along 3 reference axes K₁, K₂ and K₃, in decreasing order of susceptibility intensities.

	Variables	Analytical uncertainties	Variability at sample scale
Mode	Quartz	4,9	4,9
	Alk. Felds.	8,8	8,8
	Plagioclase	4,3	4,1
	Biotite	7,8	6,4
	Others	61,5	25,0
Magnetic properties	NRM	2.10^{-9}	0,38
	χ	1.10^{-4}	$70,7.10^{-5}$
	Jrs	$5,4.10^{-11}$	6,38
	Hcr	1	110
	K ₁ /K ₂	0,005	0,04
	K ₂ /K ₃	0,005	0,02
	K ₁ /K ₃	0,005	0,04

	Variables	Analytical uncertainties	Max Observed powder variations
Major Elements	SiO ₂	1	1
	TiO ₂	5	1
	Al ₂ O ₃	1	1
	Fe ₂ O ₃	2	2
	MnO	10	10
	MgO	10	3
	CaO	5	1
	Na ₂ O	15	1
	K ₂ O	5	3
	P ₂ O ₅	10	5
Ratios	⁸⁷ Rb/ ⁸⁶ Sr	1,00E-01	7,20E-04
	¹⁴⁷ Sm/ ¹⁴⁴ Nd	1,80E-01	7,80E-04
Isotopic data	⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	1,64E-03	1,23E-03
	¹⁴³ Nd/ ¹⁴⁴ Nd	1,17E-03	9,76E-04

Table 2: Analytical uncertainties and intrinsic variations observed at the sample scale for each variable used in this study, expressed as relative values (%) for modes and chemical contents and absolute values (SI units) for magnetic properties. Relative analytical errors on chemical contents are provided by the SARM (CRPG, Nancy). Relative modal errors and variations, geochemical variations and absolute variations on the magnetic properties were estimated from the results of this study (see text).

	Variables	Analytical uncertainties	Max Observed powder variations
Trace Elements	As	10	27
	Ba	5	4
	Be	25	8
	Bi	25	15
	Cd	25	22
	Ce	5	6
	Co	15	6
	Cr	10	9
	Cs	10	4
	Cu	25	8
	Dy	5	7
	Er	5	7
	Eu	5	3
	Ga	5	4
	Gd	5	7
	Ge	5	5
	Hf	10	3
	Ho	15	6
	In	25	b.d.d.
	La	5	7
	Lu	5	7
	Mo	25	15
	Nb	5	4
	Nd	5	7
	Ni	25	10
	Pb	5	3
	Pr	5	7
	Rb	5	4
	Sb	25	17
	Sm	5	7
	Sn	10	3
	Sr	5	2
	Ta	10	4
	Tb	5	6
	Th	10	8
	Tm	10	8
	U	8	32
	V	10	5
	W	25	4
	Y	5	8
	Yb	5	7
	Zn	8	13
	Zr	8	4

5. Results

5.1. *Uncertainties and variability at the sample scale*

To each quantitative variable (modal and chemical compositions, magnetic properties) is associated an analytical uncertainty that relates to the measurement procedure and apparatus. Independently, the obtained values for some variables were observed to vary significantly within a given hand sample. The confidence attached to any quantitative value and representative of a whole sample must take into account both the uncertainty and the intrinsic variation within the sample. These are listed in Table 2.

Observed standard deviations obtained from repeated analyses of the same thin section were used to evaluate the absolute analytical uncertainties on modes measurements (Table 3). The largest relative errors calculated from standard deviations for each mineral are reported in Table 2. Up to 9% of relative variation was observed on the main phases. The examination of the quarry working faces shows that the modal compositions vary from the centimetre to the decametre scales. So, the results of the modes obtained from the ten serial thin sections from sample LRBN1.1.T were used as an indication of the intrinsic variability of the modes at the sample scale. The observed standard deviations are shown in Table 3 and the corresponding relative values are reported in Table 2 (column 4). These variations are then assumed to apply to all the samples.

Relative errors on geochemical contents, as provided by the SARM, were calculated from the standard deviations on duplicate analyses of reference products over a year ($n = 300$). In addition, geochemical compositions of the three duplicate powders show that sample preparation introduced no or only little variations for most of the chemical elements (see samples LRBN1.1, LRBN1.2 and LALS1.1; Tables 4, 5 and 6). Indeed, most relative variations (calculated from the maximum standard deviations among the three samples; column 4, Table 2) are in the order of, or lower than, the geochemical relative analytical uncertainties. However, a few chemical contents suggest inhomogeneous powders (see the relatively large variations for As, U and Zn). The analysed fractions of some of the duplicated rock powders, yet obtained following standard procedures, possibly exhibited slightly different relative proportions of grains of distinct minerals (e.g. zircon for the U content).

Absolute uncertainties on magnetic properties measurements (column 3, Table 2) mostly depend on the apparatus. Magnetic properties vary significantly from a specimen to the other

within the same sample (Table 7) and the maximum standard deviations obtained from measurements on several specimens are summed up in Table 2 (column 4).

As drawn on Fig. 3 (gray lines), the confidence interval to be attached to each of the quantitative value used in the next comparisons is the sum of its analytical error with its observed standard deviation. For simplicity, these confidence intervals are assumed to circumscribe the variations at the sample scale, although, from a rigorous statistical point of view, standard deviation possibly covers only about 68% of the real variation range.

5.2. Petrography

5.2.1. Enclave natures and densities in the Louvigné and the Lanhélin rocks

Microgranular to fine-grained mafic enclaves, which are sometimes porphyritic (usually a few percents of feldspar macrocrysts), are common in both the Louvigné and the Lanhélin rock types. They are usually dioritic to tonalitic in composition. Xenoliths of black hornfels and surmicaceous enclaves are also abundant in the Louvigné building stone but are relatively rare in the Lanhélin building stone. Independently of their nature, the enclaves are significantly less abundant in the Lanhélin rock type than in the Louvigné rock type. Measured enclave mean densities and standard deviations are 4.31 ± 2.22 enclaves/m² for Louvigné and 0.96 ± 0.17 enclaves/m² for Lanhélin. These values being significantly different, the “enclave density” variable behaves as in case A (Fig. 3).

5.2.2. Sample descriptions

The commercial “gray-blue” Louvigné rock is an enclave-rich silvery-white granodiorite containing biotite (Fig. 2D). It is a medium-grained rock (grain size between 1-5 mm) that encloses the three main types of enclaves varying from a few millimetres to several decimetres in size. It is made of subhedral, often zoned plagioclase (andesine-oligoclase), quartz, poecilitic and perthitic orthoclase, and biotite. Quartz appears mostly as anhedral polycrystalline aggregates but also as subhedral isolated crystals. Symplectitic quartz–feldspar associations are present (myrmekite). Accessory minerals are mainly zircon, titanite, apatite and opaque minerals including pyrite. The secondary phases, muscovite, prehnite, chlorite and epidote, are rare.

The commercial "blue" Lanhélin rock is an enclave-poor granodiorite with biotite (Fig. 2B). Alkali feldspar and quartz give to the rock its typical dark bluish colour. It is a medium-grained rock (grain size ranging from 1 to 3 mm) with subhedral, sometimes zoned, plagioclase (andesine-oligoclase), anhedral quartz and perthitic microcline, and biotite. Myrmekites are common. Classical accessory minerals are zircon, titanite, apatite and opaque minerals, among which pyrite. The secondary phases (muscovite, prehnite and chlorite) are rare.

Samples LOUV, LGOTBE and PLT resemble the Louvigné building stone but sample LALS exhibits the same petrographical characteristics as the Lanhélin rock type.

The commercial "gray-white" QE rock type, foreign analogue of the Louvigné building stone, is an equigranular medium-grained rock (grain size of 2-3 mm; Fig. 2C). A few microgranular and surmicaceous enclaves have been observed in our sample. The mineralogical composition is typical of a granodiorite: subhedral zoned plagioclase (andesine-oligoclase), quartz that appears as anhedral polycrystalline aggregates or as subhedral isolated crystals, perthitic orthoclase and biotite. Myrmekites are common. Main accessory minerals are zircon, apatite and opaque minerals among which ilmenite. Secondary minerals are muscovite, leucoxene, prehnite and chlorite. Except for the colour and texture, sample QE and Louvigné samples thus share many common petrographical characteristics.

The "blue" 654 rock type, which commercially compares to the Lanhélin rock type, is a fine-grained, equigranular (grain size <1 mm to 2 mm; Fig. 2D) quartz diorite, which encloses largely dominant euhedral zoned plagioclase (mean composition An₄₅₋₄₀) mostly found in poecilitic and perthitic orthoclase, quartz, clinopyroxene (augite), and subhedral biotite. A significant amount of hornblende develops at the expense of clinopyroxene. Myrmekites are present. Accessory minerals are zircon, titanite, apatite and opaque minerals. From the geologist's point of view, sample 654 is thus clearly distinct from the Lanhélin samples.

5.2.3. Modal compositions

The samples show predominantly a granodioritic composition (Fig. 4). A few plagioclase-poor Louvigné samples plot in the granite field close to the boundary with the granodiorite field on the QAP diagram (Fig. 4). Plagioclase contents are variable among the Louvigné samples, the richest in plagioclase being samples from the Rébillion Granit quarry (Fig. 4). The relative proportions of feldspars (plagioclase, P, and alkali feldspar, A) are estimated by

the ratio $P / (P + A)$ (Table 3). Mean and standard deviation for the entire Louvigné reference population are 67.7 ± 3.3 ($n=18$; Table 3). These results are consistent with those from Dadet et al. (1984). All Lanhélin modes are strictly granodioritic in a good agreement with Jonin (1981). $P / (P+A)$ is 76.8 ± 2.2 ($n=8$; Table 3; Fig. 4). The modal variables behave as in case B and C (Fig. 3).

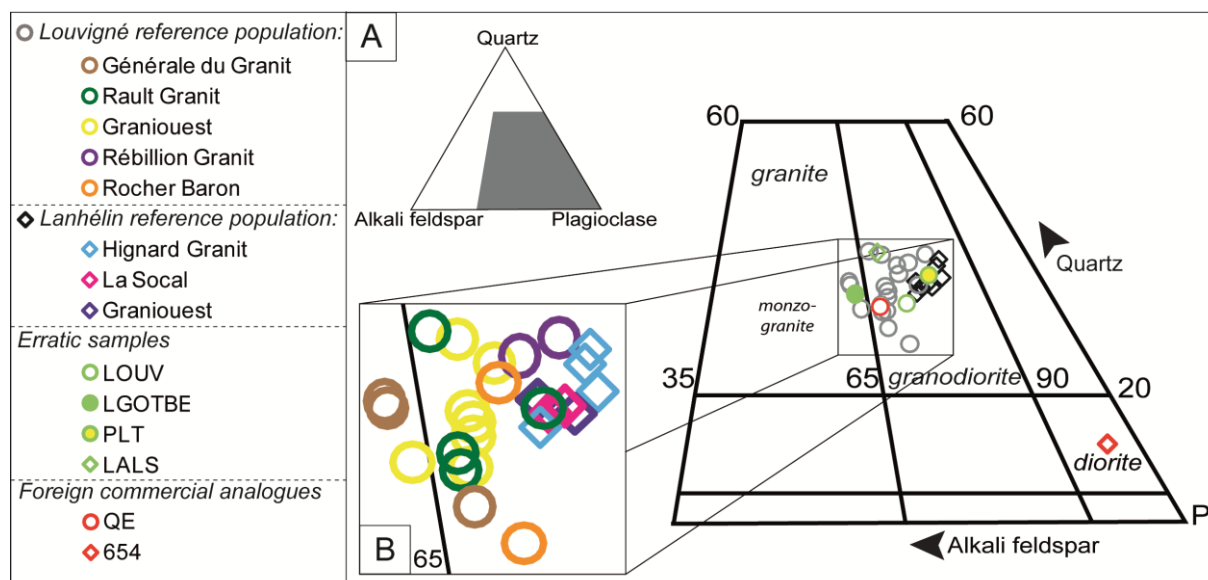


Fig. 4: Location of the samples in the QAP diagram (modified from Streckeisen, 1974; Le Maitre, 2002). (A) Louvigné samples (gray open circles), Lanhélin samples (black open diamonds), erratic samples (green symbols) and foreign commercial analogues (red open symbols). (B) Zoom distinguishing samples per quarry from the reference populations (one colour per quarry, as indicated in the legend).

Modes of samples LOUV, LGOTBE and PLT are as scattered as those from the Louvigné reference population (Fig. 4). With a ratio $P / (P+A)$ of 61.7, sample LGOTBE plots in the granite field. Sample LOUV has a ratio $P / (P+A)$ in the range of those from the Louvigné reference population (Table 3). However, plagioclase-rich sample PLT appears poorly distinct from the Lanhélin reference population (Fig. 4; Table 3). Sample LALS is a granodiorite with a ratio $P / (P+A)$ of 67.6 (Fig. 4; Table 3). It is slightly poorer in plagioclase than most Lanhélin samples.

Samples QE and 654 exhibit ratios $P / (P + A)$ of 66.0 and 95.2 with granodiorite and quartz diorite compositions, respectively (Fig. 4; Table 3). Consistently with petrographic characters, sample 654 is clearly distinct from the Lanhélin samples. This underlines that commercial building stones referred to as granitic stones by industrials cover a much larger composition range than that defined by geologists (e.g. Chauris, 1992).

		Quartz	Alk. Felds.	Plagio.	Biotite	Pyrox.	Other	Total	P/(P+A)
LG1.1	n=2	29,8	21,1	33,0	13,9	0,0	2,2	100,0	61,00
	σ	0,4	0,5	0,2	0,5		0,2		0,22
LG2.1	n=2	28,7	22,7	32,6	13,1	0,0	2,9	100,0	58,95
	σ	0,1	1,1	1,4	0,2		1,3		1,12
LG4.1	n=1	29,5	20,6	31,9	16,0	0,0	2,0	100,0	60,76
LR1.1	n=2	27,5	12,7	37,1	19,7		3,0	100,0	74,50
	σ	0,6	0,1	0,1	0,2	0,0	0,2		0,03
LR1.2	n=1	26,9	18,8	36,9	14,3		3,1	100,0	66,25
LR2.2	n=2	33,0	16,5	31,8	14,0	0,0	4,7	100,0	65,84
	σ	0,2	0,5	0,4	0,1		0,6		0,74
LR4.1	n=2	26,4	19,4	38,1	13,7	0,0	2,5	100,0	66,30
	σ	0,1	0,1	1,4	0,1		1,4		0,15
LGOT1.1	n=2	33,9	14,6	36,6	13,6	0,0	1,3	100,0	71,48
	σ	1,4	0,8	1,1	0,3		0,8		0,50
LGOT1.1.C	n=1	34,5	16,3	35,3	13,1	0,0	0,8	100,0	68,41
LGOT1.1.Bis	n=1	25,8	20,6	34,3	18,1	0,0	1,2	100,0	62,48
LGOT1.2	n=3	28,7	18,4	38,8	12,3	0,0	1,8	100,0	67,83
	σ	0,2	0,3	0,6	0,2		0,9		0,16
LGOT1.2.C	n=1	29,7	18,0	38,4	12,6	0,0	1,3	100,0	68,09
LGOT1.3H	n=1	28,5	16,8	35,4	15,9	0,0	3,4	100,0	67,79
LGOT1.3B	n=1	26,4	18,6	38,2	13,6	0,0	3,3	100,0	67,23
LRB 1.1	n=2	33,9	11,2	39,3	11,6	0,0	4,0	100,0	77,78
	σ	0,1	0,1	0,1	0,9		1,1		0,60
LRB 1.2	n=1	32,7	13,5	37,8	12,6	0,0	3,4	100,0	73,78
LRBN1.1T	n=20	32,3	14,7	36,9	15,7	0,0	0,4	100,0	71,51
	σ	1,6	1,3	1,5	1,0		0,1		0,33
LRBN1.2	n=2	24,1	18,1	39,1	15,8	0,0	2,9	100,0	68,36
	σ	0,1	1,0	0,7	0,8		0,6		0,57
LAH1.1	n=2	32,3	10,8	41,2	14,6	0,0	1,1	100,0	79,23
	σ	1,0	0,1	0,2	0,6		0,2		0,12
LAH1.3	n=2	32,3	11,5	44,5	10,8	0,0	0,9	100,0	79,50
	σ	0,6	0,3	0,6	0,1		0,1		0,66
LAH1.4	n=2	33,9	10,4	42,0	12,2	0,0	1,5	100,0	80,15
	σ	0,6	0,4	0,9	0,2		0,5		0,53
LAH2.1	n=2	30,4	15,4	43,0	10,2	0,0	1,0	100,0	73,63
	σ	0,3	0,3	0,1	0,1		0,1		0,40
LALS1.1	n=3	31,4	13,5	42,4	11,2	0,0	1,5	100,0	75,85
	σ	0,3	0,1	0,2	0,3		0,8		0,41
LALS3.1.2	n=3	31,2	13,0	42,9	12,0	0,0	0,9	100,0	76,74
	σ	0,7	0,4	0,6	0,5		0,5		0,97
LAGOT1.1	n=2	30,2	14,4	39,7	14,1	0,0	1,5	100,0	73,38
	σ	1,3	0,1	0,7	0,1		0,5		0,17
LAGOT1.2	n=1	30,5	13,8	43,3	10,7	0,0	1,7	100,0	75,79
LOUV	n=1	26,9	15,9	39,4	17,1	0,0	0,7	100,0	71,25
LGOTBE	n=1	29,7	21,9	35,3	12,7	0,0	0,4	100,0	61,71
PLT	n=1	30,5	11,9	40,0	17,1	0,0	0,5	100,0	77,07
LALS	n=1	34,9	16,7	34,8	13,2	0,0	0,4	100,0	67,57
QE	n=2	28,3	20,4	39,3	11,3	0,0	0,7	100,0	65,83
	σ	1,0	0,9	1,4	0,8		0,2		4,77
654	n=2	8,8	3,2	63,0	13,9	9,5	1,6	100,0	95,17
	σ	1,1	0,4	1,2	0,3	0,1	0,3		0,28

Table 3: Mean modes of each samples (vol.%) and corresponding standard deviations (σ). n is the number of repeated analyses on a same thin section, except for sample LRBN1.1.T where n = 20

corresponds to the double analysis of 10 thin sections. Others: accessory phases, P: Plagioclase and A: Alkali feldspar.

5.3. Geochemistry

5.3.1. Major and trace elements

Most of the major element contents of the samples from the two reference populations overlap, except for TiO_2 , Fe_2O_3 and MgO (Table 4). The Louvigné building stones are slightly peraluminous (Fig. 5A), calcalkaline belonging to highly potassic (Fig. 5B) and ferriferous associations (Fig. 5C). A few Lanhélin samples appear more peraluminous than most of the samples from Lanhélin and than those from Louvigné (Fig. 5A). As those from Louvigné, the Lanhélin building stones are highly potassic calcalkaline and ferriferous rocks, but some samples exhibit slightly higher SiO_2 contents than most of the Louvigné samples (Fig. 5B). Correlatively, most of the Lanhélin samples appear slightly poorer in compatible major elements (Fe, Mg, Ti; Fig. 5C) than the Louvigné samples. This is consistent with the relatively low biotite contents of most of the Lanhélin samples.

Chondrite-normalised Rare Earth Elements (REE) patterns of Louvigné and Lanhélin samples appear rather homogeneous (Fig. 6A). The normalised La content – $(\text{La})_N$ – ranges between 114 and 138 for Louvigné and between 85 and 130 for Lanhélin (Table 5). The REE patterns of the two reference populations appear significantly fractionated (Fig. 6A). The $(\text{La/Lu})_N$ values are in the same ranges, between 6-8 for Louvigné and 5-7 for Lanhélin (Table 5). Both the Louvigné and the Lanhélin reference populations show marked Eu negative anomalies ($\text{Eu/Eu}^* = 0.49$ and 0.46 , respectively) and are depleted in heavy REE (HREE). Although REE patterns significantly overlap, the whole Louvigné reference population appears slightly richer in REE ($\Sigma\text{REE} = 147\text{-}175$ ppm) than the Lanhélin rock type ($\Sigma\text{REE} = 117\text{-}171$ ppm; Fig. 6A, Table 5). Overall, most of the Louvigné samples exhibit higher contents in most trace elements than most of the Lanhélin samples (Fig. 7A). In details, Cu, Co and V contents appear discriminative (Case A; Fig. 3) to distinguish the two reference populations. Several other trace elements, especially the REE, behave as case B (Fig. 7A). The differences in some major element contents are also shown in Fig. 7A. Normalised Ti and Mg contents appear significantly different from one reference population to the other. These element contents are representative of case A variables (Fig. 3). In contrast, the normalised Fe content is slightly different and corresponds to case B. The other major elements behave as in case C.

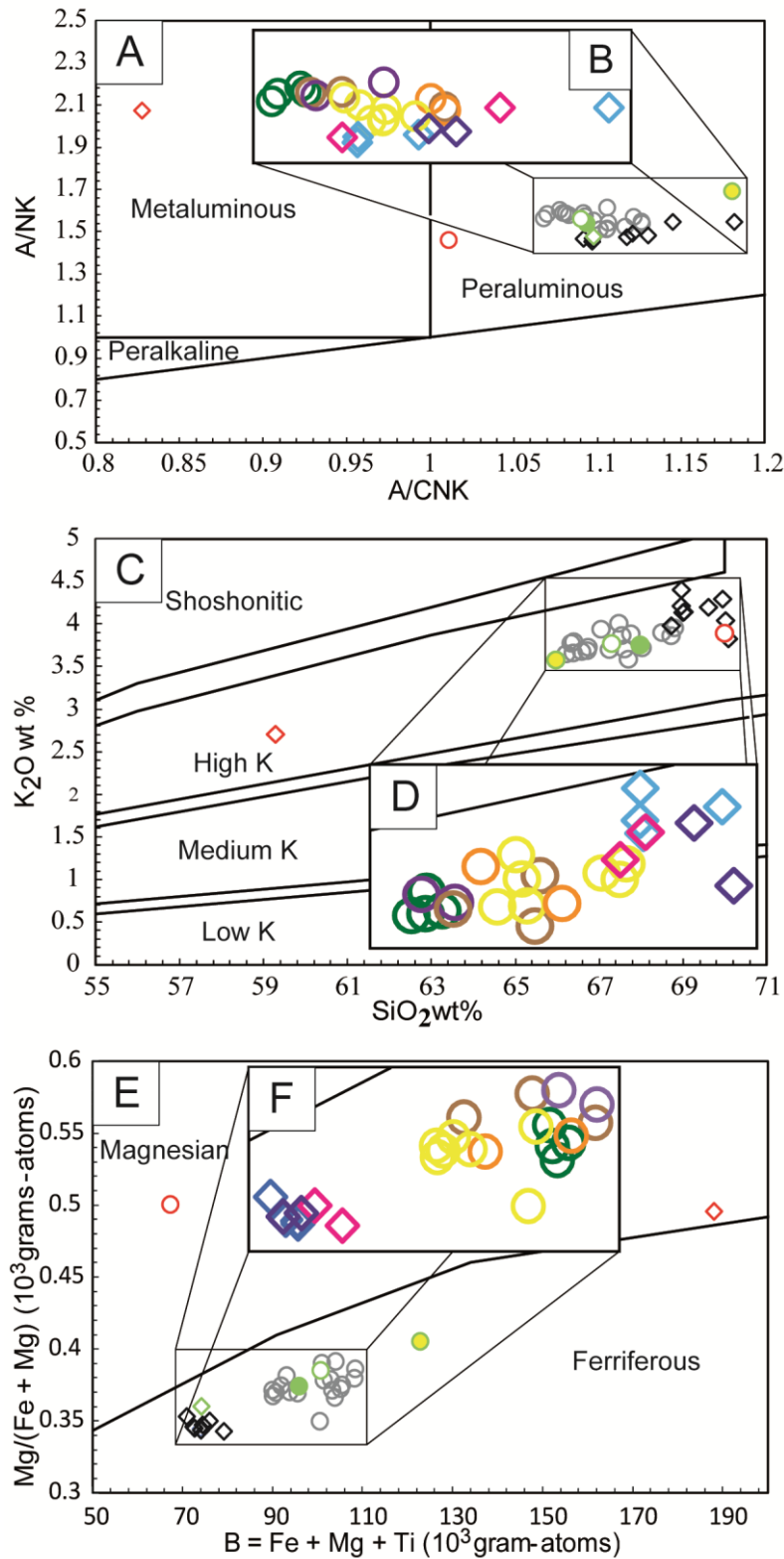


Fig. 5: (A, C & E) Whole-rock major element main characteristics of the samples from the Louvigné (circles) and Lanhélin (diamonds) reference populations, of the erratic samples (green symbols) and of the foreign commercial analogue samples (red symbols). (B, D & F) Details of A,C and E. See Fig. 4 for details of the legend. (5A & B) modified from Maniar and Piccoli (1989), (5C & D) modified from Peccerillo and Taylor (1976) and Rickwood (1989), (5E & F) modified from Debon and Lefort (1988).

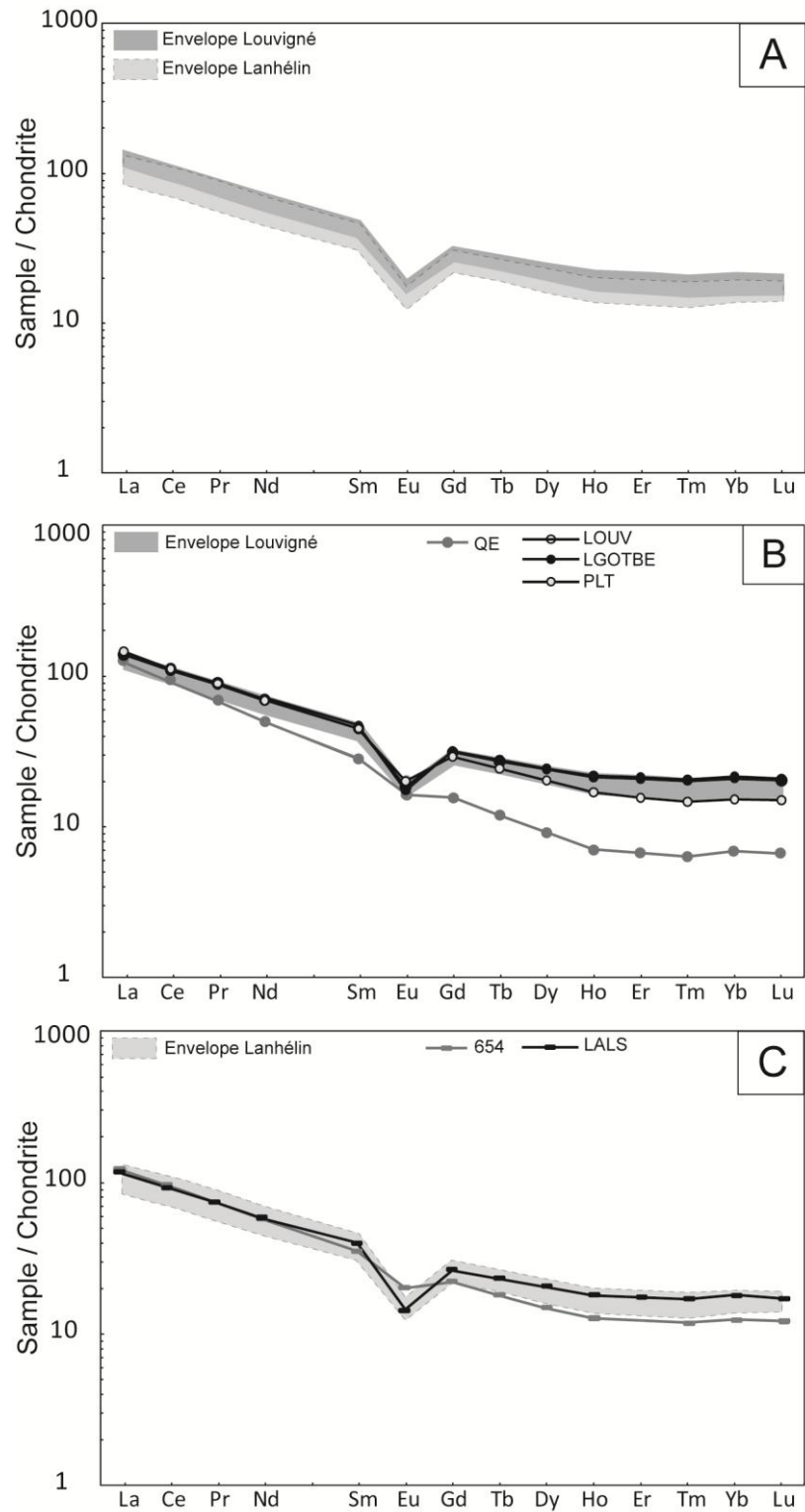


Fig. 6: Chondrite-normalised REE patterns of the Louvigné (A and B) and the Lanhélin (A and C) reference populations of samples (shown as fields), of the erratic and Spanish QE samples, relative to Louvigné (B), and of the erratic and the Chinese 654 samples relative to Lanhélin (C). Normalisation values from Evensen et al. (1978).

		SiO ₂	TiO ₂	Al ₂ O ₃	Fe ₂ O ₃	MnO	MgO	CaO	Na ₂ O	K ₂ O	P ₂ O ₅	LOI	Total
Detection	limit	0,50	0,00	0,02	0,02	0,0005	0,01	0,02	0,02	0,02	0,03		
LG 1.1		66,59	0,76	15,18	4,86	0,06	1,50	2,35	3,43	3,69	0,23	1,19	99,83
LG 2.1		68,16	0,67	15,19	4,20	0,05	1,31	1,98	3,44	3,92	0,21	1,49	100,60
LG4.1		67,68	0,72	15,00	4,46	0,06	1,44	2,39	3,43	3,59	0,22	1,01	99,99
LR 1.1		66,44	0,74	15,56	4,80	0,06	1,44	2,56	3,53	3,67	0,22	1,33	100,35
LR 1.2		65,99	0,72	15,20	4,67	0,05	1,39	2,49	3,48	3,65	0,20	1,27	99,12
LR 2.2		65,69	0,72	15,22	4,73	0,06	1,38	2,44	3,49	3,76	0,22	1,26	98,95
LR 4.1		66,76	0,72	15,54	4,67	0,06	1,44	2,50	3,56	3,69	0,21	1,44	100,58
LGOT 1.1		67,45	0,71	15,04	4,59	0,06	1,41	2,27	3,41	3,72	0,22	1,33	100,32
LGOT 1.1.C		67,52	0,66	15,26	4,28	0,05	1,27	2,10	3,62	3,71	0,20	1,23	99,89
LGOT1.1.Bis		68,53	0,65	14,85	4,17	0,05	1,26	1,91	3,40	3,91	0,20	1,13	100,06
LGOT 1.2		66,53	0,63	14,98	4,07	0,05	1,19	2,16	3,40	3,82	0,20	1,50	98,52
LGOT 1.2.C		68,40	0,64	14,73	4,12	0,05	1,22	1,95	3,38	3,94	0,19	0,82	99,44
LGOT1.3H		67,19	0,66	15,01	4,75	0,05	1,29	1,97	3,44	4,00	0,21	1,04	99,60
LGOT1.3B		68,52	0,63	14,70	4,09	0,05	1,22	1,92	3,42	3,86	0,19	1,12	99,73
LRB 1.1.		66,04	0,75	15,44	4,81	0,06	1,53	2,38	3,38	3,77	0,27	1,15	99,58
LRB1.2		67,30	0,73	15,45	4,64	0,06	1,51	2,42	3,52	3,77	0,26	1,22	100,86
LRBN1.1	n=2	67,08	0,70	15,17	4,66	0,06	1,41	2,07	3,37	3,91	0,22	1,41	100,06
	σ	0,53	0,01	0,05	0,13	0,00	0,04	0,02	0,00	0,00	0,01	0,12	0,17
LRBN1.2	n=2	67,47	0,65	15,19	4,35	0,06	1,27	1,96	3,52	3,83	0,21	1,42	99,92
	σ	0,36	0,01	0,23	0,04	0,00	0,02	0,01	0,02	0,12	0,01	0,10	0,19
LAH 1.1.		68,63	0,49	14,86	3,52	0,05	0,93	1,84	3,49	4,12	0,19	1,36	99,47
LAH1.3		70,52	0,48	14,75	3,37	0,04	0,93	1,76	3,37	4,34	0,22	1,06	100,83
LAH 1.4		68,58	0,50	15,04	3,52	0,04	0,93	1,60	3,20	4,20	0,23	1,63	99,47
LAH 2.1		69,22	0,48	15,10	3,49	0,05	0,93	1,75	3,37	4,43	0,22	1,37	100,39
LALS 1.1	n=2	69,05	0,51	15,15	3,56	0,04	0,97	1,92	3,60	4,11	0,20	1,10	100,21
	σ	0,19	0,01	0,04	0,04	0,00	0,02	0,02	0,03	0,05	0,00	0,11	0,11
LALS 3.1,2		68,71	0,53	15,22	3,79	0,05	1,00	1,85	3,41	3,99	0,22	1,25	100,00
LAGOT 1.1.		69,60	0,49	15,29	3,54	0,05	0,95	1,81	3,52	4,20	0,22	0,88	100,00
LAGOT 1.2.		70,08	0,48	14,82	3,45	0,05	0,92	1,67	3,61	3,83	0,20	0,90	100,00
LOUV		66,79	0,70	15,13	4,46	0,05	1,41	2,26	3,47	3,75	0,21	1,02	99,26
LGOTBE		67,75	0,67	14,90	4,34	0,05	1,31	2,13	3,46	3,75	0,20	1,14	99,68
PLT		65,67	0,79	15,47	5,32	0,06	1,83	2,14	3,25	3,57	0,21	1,26	99,56
LALS		69,70	0,48	14,75	3,45	0,05	0,98	1,85	3,47	4,03	0,19	0,61	99,56
QE		70,61	0,42	15,01	2,49	0,04	1,26	2,47	3,71	3,94	0,22	0,75	100,89
654		59,29	0,84	16,27	7,14	0,11	3,54	6,47	3,01	2,71	0,23	0,41	100,03

Table 4: Whole rock major element compositions (wt.%). Three samples (LRBN1.1, LRBN1.2 and LALS1.1) have been quartered, reduced to a powder and analysed twice. For these samples the mean compositions and the corresponding standard deviations are given in the table.

Samples LOUV and LGOTBE present the same characteristics as the Louvigné reference population (Table 4; Fig.5). Sample PLT appears richer in Fe₂O₃ than the Louvigné samples. Sample LALS compares to the Lanhélin reference population (Fig. 5). REE patterns of samples LOUV, LGOTBE, PLT (Fig. 6B) and LALS (Fig. 6C) overlap those from the Louvigné and Lanhélin rock types, respectively. Similarly, normalised patterns of the erratic samples are almost undistinguishable from their corresponding reference populations (Fig. 7B and 7C).

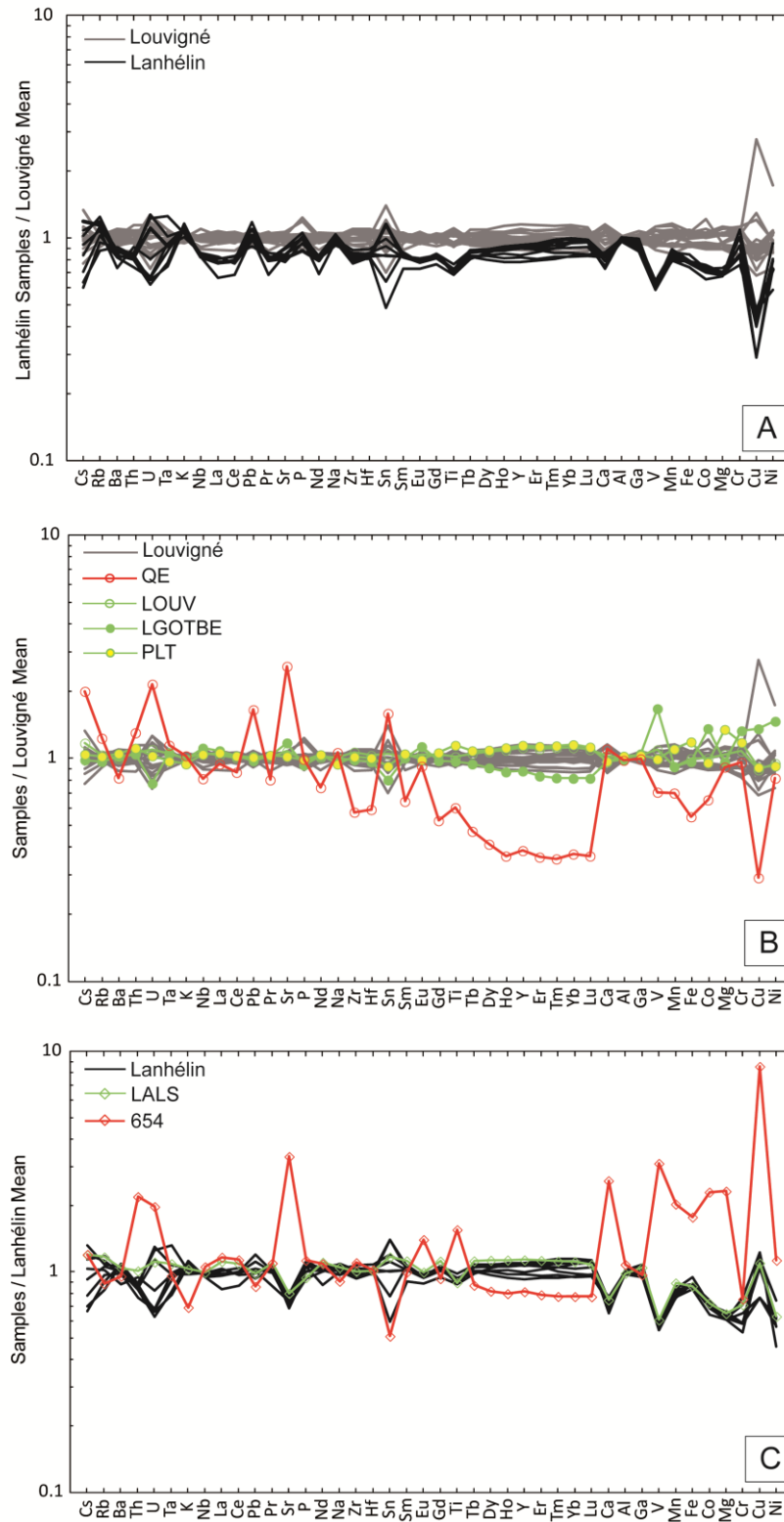


Fig. 7: Multi-elementary diagrams (major and trace elements) showing patterns normalised either to the average composition of the Louvigné reference population of samples (A and B) or to the average composition of the Lanhélin reference population (C). All samples from the reference populations are shown as simple lines (gray for Louvigné on A and B, black for Lanhélin on A and C). Symbols or other colours distinguish patterns of erratic (see enclosed legend) and foreign samples (red lines with symbols).

However, sample PLT appears richer in V and Zn than most samples from Louvigné (Table 5).

Sample QE is a highly potassic calcalkaline, peraluminous rock that belongs, in contrast to all other samples, to a magnesian association (Fig. 5). Sample 654 is the only one sample of our dataset that plots as a metaluminous rock. It is a highly potassic calcalkaline diorite, which is significantly poorer in SiO₂ and correlatively richer in compatible major elements (Fe, Mn, Mg, Ti and Ca) than the Lanhélin reference population (Fig. 5B and 5C). This is consistent with the mineralogy of the rock. Samples QE (Fig. 6B) and 654 (Fig. 6C) have similar Light REE (LREE) contents than those from the Louvigné and Lanhélin samples, respectively. REE patterns show relatively small Eu negative anomalies ($\text{Eu}/\text{Eu}^* = 0.78$ and $\text{Eu}/\text{Eu}^* = 0.73$, respectively). Sample 654 is poorer in HREE than the Lanhélin samples (Fig. 7C) but taking into account the errors (Table 2), these differences cannot be considered as significant. Normalised patterns of the commercial foreign analogues appear totally distinct from those from their respective counterparts (Fig. 7B and 7C). Sample QE is significantly richer in Cs, Pb, Sr and poorer in Sm, HREE, Hf and Zr than the Louvigné reference population (Figs. 6B, 7B, Table 5). Sample 654 is significantly richer in Th, U, Sr, and most of the transition elements (V, Co, Cr, Cu, Ni; Fig. 7C, Table 5).

5.3.2. Isotopic data

$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratios are comparable for the two reference populations (close to 0.51216; Fig. 8). $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ratios for most of the Lanhélin rocks appear higher (0.730774-0.744780) than those from the Louvigné rocks (0.729888-0.735264; Fig. 8). These data confirm that the intrusions are coeval. An isochron calculated from both reference populations of samples gives an age at 522 ± 24 Ma, compatible with those of Pasteels and Doré (1982), Autran et al. (1983) and D'Lemos et al. (1990).

All isotopic ratios of the erratic samples are in the ranges of those from the reference populations. $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ ratios for samples QE and 654 are significantly lower and $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratios are significantly higher than those from their respective reference populations (Table 6; Fig. 8).

Chapitre 3. Les granits gris bleu de Louvigné et bleu de Lanhélin

	Detection limit	LG 1.1	LG 2.1	LG 4.1	LR 1.1	LR 1.2	LR 2.2	LR 4.1	LGOT 1.1	LGOT 1.1.C	LGOT 1.1.Bis	LGOT 1.2	LGOT 1.2.C	LGOT 1.3H	LGOT 1.3B	LRB 1.1	LRB 1.2	LRBN1.1		LRBN1.2	
(ppm)																		n=2	σ	n=2	σ
As	1,20	15,87	12,57	6,07	2,65	2,34	6,46	11,98	13,80	8,49	7,38	10,11	8,83	21,18	7,13	8,69	11,16	11,05	0,82	9,92	0,14
Ba	1,50	625,60	592,20	638,30	660,70	690,60	685,40	666,70	647,60	687,40	739,80	682,20	700,70	726,40	704,70	672,70	623,80	724,10	0,00	661,95	24,05
Be	1,00	2,26	2,20	2,01	1,90	1,91	2,32	2,00	2,83	2,31	2,52	2,09	1,62	2,42	2,36	1,89	1,53	2,47	0,20	2,28	0,14
Bi	0,10	0,20	0,18	b.d.d	0,11	0,19	0,11	0,13	0,23	0,14	0,13	b.d.d	0,12	0,16	b.d.d	0,19	0,31	0,21	0,03	0,14	0,00
Cd	0,15	0,27	0,23	0,26	0,19	0,27	0,25	0,27	0,25	0,27	0,23	0,20	0,23	0,35	0,19	0,21	0,22	0,25	0,00	0,20	0,00
Ce	0,10	67,91	58,59	64,29	68,68	69,47	69,61	65,94	66,03	69,51	66,27	64,48	63,05	66,64	66,00	68,99	66,95	70,67	1,47	64,18	1,77
Co	0,40	8,15	7,05	7,96	8,07	8,10	8,68	8,25	7,96	7,53	7,40	7,00	7,30	9,59	7,26	8,33	8,26	7,92	0,08	7,03	0,12
Cr	5,00	50,34	48,07	47,24	51,44	48,63	47,04	44,46	49,78	40,82	37,59	37,55	38,50	45,93	41,23	50,19	51,21	47,97	4,55	41,82	3,48
Cs	0,15	7,46	8,11	6,87	6,28	5,64	7,31	6,92	9,78	7,13	7,53	6,57	7,14	7,27	8,00	7,69	8,25	7,32	0,27	6,88	0,09
Cu	5,00	13,04	13,44	11,08	12,68	13,95	19,96	12,93	12,52	12,89	14,10	10,52	15,19	42,71	14,57	13,61	18,64	13,83	1,15	12,25	0,13
Dy	0,007	5,60	5,34	5,09	5,77	5,74	5,87	5,56	5,48	5,79	6,12	5,48	5,40	5,59	5,98	5,21	5,21	5,89	0,13	5,56	0,21
Er	0,003	3,00	2,99	2,69	3,14	3,07	3,18	3,09	2,97	3,20	3,52	3,00	2,94	3,06	3,30	2,77	2,80	3,33	0,08	3,15	0,13
Eu	0,004	0,98	0,96	1,05	1,05	1,06	1,01	1,03	1,00	0,98	1,01	0,95	0,98	0,98	0,98	1,08	1,08	1,01	0,00	0,98	0,01
Ga	0,20	19,77	18,77	19,50	19,78	20,02	21,26	20,50	20,68	20,48	19,57	19,72	19,35	20,11	19,70	19,84	19,45	19,75	0,21	19,29	0,12
Gd	0,02	6,00	5,50	5,69	6,11	6,15	6,24	5,90	5,99	6,29	6,27	5,81	5,85	6,01	6,22	5,97	5,86	6,27	0,14	5,76	0,22
Ge	0,10	1,49	1,45	1,44	1,45	1,38	1,59	1,48	1,54	1,46	1,52	1,56	1,49	1,46	1,50	1,59	1,54	1,53	0,02	1,50	0,04
Hf	0,04	5,75	5,19	5,51	6,33	6,10	6,44	5,96	5,90	6,15	5,70	5,53	5,32	5,98	5,64	6,10	5,69	6,22	0,17	5,86	0,13
Ho	0,001	1,08	1,04	0,97	1,11	1,09	1,14	1,08	1,06	1,14	1,23	1,07	1,05	1,07	1,16	1,00	1,01	1,16	0,04	1,11	0,04
In	0,10	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d
La	0,05	31,91	27,77	29,38	32,08	32,51	32,00	30,82	30,99	33,73	32,20	29,91	30,77	32,52	31,81	32,16	30,60	32,89	0,73	29,78	0,91
Lu	0,001	0,45	0,45	0,40	0,47	0,45	0,48	0,46	0,45	0,49	0,52	0,46	0,44	0,45	0,49	0,41	0,42	0,50	0,01	0,49	0,02
Mo	0,35	0,73	0,56	0,97	0,55	0,74	0,68	1,19	0,69	0,84	0,70	0,76	0,75	2,58	0,71	0,89	0,82	0,91	0,07	0,80	0,12
Nb	0,06	9,62	8,36	9,47	9,64	9,26	10,31	9,48	9,61	9,71	9,45	9,01	9,31	9,55	9,44	9,44	9,20	9,48	0,27	8,57	0,25
Nd	0,03	31,48	27,44	29,59	32,32	32,52	32,43	30,91	30,72	32,81	31,39	29,90	29,92	31,65	30,92	31,92	30,89	32,92	0,79	29,88	0,94
Ni	4,50	16,10	14,69	14,32	15,71	16,17	14,60	14,57	14,37	13,59	16,54	11,22	13,96	26,43	13,05	14,45	14,98	16,49	1,57	13,32	0,13
Pb	1,40	18,28	19,81	19,37	19,09	19,43	19,48	19,37	20,07	20,66	20,70	21,12	20,89	21,16	21,70	19,77	19,85	20,45	0,26	20,38	0,39
Pr	0,01	8,14	7,05	7,68	8,34	8,40	8,45	7,99	7,90	8,45	8,04	7,88	7,72	8,16	8,00	8,30	8,00	8,54	0,15	7,70	0,23
Rb	0,35	133,60	132,90	133,70	129,00	124,00	143,40	133,30	139,40	139,20	139,70	135,90	137,80	143,40	139,70	131,70	136,60	140,65	2,15	134,30	3,20
Sb	0,20	b.d.d	0,21	0,13	b.d.d	b.d.d	b.d.d	0,21	0,26	0,13	0,14	b.d.d	0,13	0,18	0,14	b.d.d	0,12	0,24	0,04	b.d.d	0,00
Sm	0,01	6,75	5,91	6,35	6,96	6,86	7,03	6,58	6,50	7,08	6,80	6,54	6,48	6,76	6,76	6,66	6,53	7,08	0,15	6,42	0,25
Sn	0,40	4,80	5,12	2,96	3,90	3,63	4,47	4,28	5,92	3,96	3,79	4,27	3,88	4,03	4,06	4,62	3,74	4,43	0,11	4,23	0,03
Sr	1,20	114,70	114,20	124,90	121,20	119,50	122,90	119,30	117,20	127,10	119,00	116,30	115,50	118,90	121,30	122,50	127,60	115,75	0,05	110,90	0,80
Ta	0,02	0,94	0,91	0,90	0,89	0,83	0,98	0,90	1,00	0,93	0,94	0,86	0,89	0,92	0,89	0,97	0,96	0,96	0,03	0,94	0,01
Tb	0,006	0,93	0,88	0,87	0,97	0,97	0,99	0,94	0,93	0,99	1,03	0,93	0,91	0,97	0,99	0,91	0,89	1,00	0,02	0,92	0,03
Th	0,02	10,33	9,22	10,03	10,57	10,86	10,58	10,14	10,09	12,16	11,49	10,36	11,04	11,37	11,31	10,10	10,13	11,10	0,27	10,20	0,23
Tm	0,005	0,45	0,44	0,40	0,46	0,44	0,47	0,46	0,44	0,48	0,52	0,46	0,44	0,45	0,50	0,41	0,41	0,50	0,01	0,48	0,02
U	0,04	4,65	3,77	2,69	2,95	3,07	3,67	3,17	4,65	4,22	4,02	3,43	3,43	3,74	3,37	3,31	3,97	3,89	0,18	4,34	0,27
V	0,60	47,31	40,13	47,11	44,35	43,12	45,09	42,80	46,69	43,18	40,97	38,65	40,46	42,04	40,88	49,15	49,06	43,64	1,14	39,79	0,61
W	0,30	1,20	1,76	0,96	0,87	0,82	0,92	1,40	1,44	0,85	0,88	0,85	0,82	0,90	0,86	1,21	1,12	1,06	0,05	1,07	0,00
Y	0,40	30,00	30,26	27,78	31,62	30,51	33,34	31,23	29,56	33,24	36,28	31,21	30,96	31,54	34,50	29,08	29,15	33,94	0,76	31,86	1,46
Yb	0,003	2,90	2,94	2,62	3,04	2,99	3,14	3,02	2,93	3,23	3,47	2,99	2,94	3,02	3,39	2,72	2,71	3,31	0,10	3,22	0,12
Zn	11,00	67,72	57,11	74,90	68,02	69,13	68,67	71,68	66,71	72,07	71,71	59,88	67,17	71,20	71,04	70,23	72,20	78,11	9,80	61,77	0,95
Zr	1,30	209,10	186,80	198,90	228,70	221,20	234,00	213,90	211,70	224,90	206,50	199,50	197,80	221,30	212,70	223,50	207,40	227,70	4,70	206,90	3,60
(La)N		130,46	113,53	120,11	131,15	132,91	130,83	126,00	126,70	137,90	131,64	122,28	125,80	132,95	130,05	131,48	125,10	134,44	2,96	121,75	3,72
(La/Lu)N		7,33	6,36	7,59	7,12	7,45	6,91	6,94	7,12	7,17	6,48	6,82	7,26	7,50	6,68	8,06	7,60	6,77	0,04	6,37	0,01
ΣREE		167,57	147,32	157,07	170,49	171,73	172,03	163,78	163,40	174,17	168,35	159,91	158,87	167,32	166,50	168,52	163,36	175,05	3,83	159,60	4,90

Chapitre 3. Les granits gris bleu de Louvigné et bleu de Lanhélin

	Detection limit	LAH 1.1.	LAH 1.3	LAH 1.4	LAH 2.1	LALS 1.1		LALS 3.1.2	LAGOT 1.1.	LAGOT 1.2.	LOUV	LGOTBE	PLT	LALS	QE	654
(ppm)						n=2	σ									
As	1,20	10,66	3,63	5,52	7,47	13,19	3,57	14,75	5,03	5,01	12,29	5,77	8,34	4,90	3,90	8,37
Ba	1,50	592,30	551,60	612,50	608,90	550,35	24,55	577,00	565,00	493,40	672,60	708,70	687,50	586,50	550,60	536,90
Be	1,00	2,34	0,98	b.d.d	1,01	3,41	0,02	1,85	1,32	1,49	2,48	2,28	1,90	2,40	4,81	1,48
Bi	0,10	b.d.d	0,11	0,15	0,12	b.d.d	0,00	0,13	0,19	0,22	0,15	0,12	0,23	b.d.d	0,17	b.d.d
Cd	0,15	0,21	0,17	0,19	0,18	0,19	0,04	0,18	0,21	0,22	0,27	0,22	0,27	0,19	b.d.d	0,17
Ce	0,10	52,48	45,67	53,23	52,75	54,99	3,54	55,20	52,56	51,04	66,96	68,19	68,32	57,59	57,63	60,06
Co	0,40	5,62	5,14	5,65	5,53	5,76	0,32	5,72	5,96	5,93	7,89	7,54	10,73	5,82	5,14	18,59
Cr	5,00	37,76	49,51	46,11	42,27	37,87	1,97	37,96	38,31	34,47	49,29	53,75	60,63	46,11	43,66	48,98
Cs	0,15	8,75	5,18	4,65	4,39	7,96	0,34	7,54	6,16	6,83	8,60	7,67	7,23	7,93	14,69	7,97
Cu	5,00	7,25	7,27	6,35	b.d.d	b.d.d	0,00	b.d.d	6,18	6,77	13,73	14,07	20,99	6,50	b.d.d	50,80
Dy	0,007	4,97	4,80	4,69	5,00	4,47	0,33	4,98	4,65	4,89	5,99	6,09	5,07	5,22	2,31	3,78
Er	0,003	2,88	2,82	2,64	2,79	2,42	0,16	2,72	2,48	2,73	3,38	3,47	2,56	2,90	1,11	2,03
Eu	0,004	0,81	0,74	0,78	0,79	0,79	0,02	0,79	0,81	0,79	1,06	1,00	1,14	0,83	0,93	1,16
Ga	0,20	18,56	17,33	17,56	17,87	19,08	0,79	19,00	19,74	19,46	20,47	20,52	20,83	19,15	19,78	17,72
Gd	0,02	4,98	4,57	4,88	5,12	4,94	0,35	5,10	4,91	5,06	6,23	6,36	5,85	5,39	3,15	4,49
Ge	0,10	1,60	1,43	1,41	1,48	1,48	0,08	1,63	1,58	1,62	1,53	1,56	1,64	1,62	1,27	1,30
Hf	0,04	4,74	4,79	4,97	4,82	4,90	0,11	5,23	4,83	5,02	6,04	5,88	5,65	4,90	3,45	4,96
Ho	0,001	0,99	0,97	0,92	0,98	0,85	0,05	0,97	0,88	0,96	1,19	1,21	0,95	1,02	0,40	0,72
In	0,10	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	b.d.d	0,00	b.d.d	b.d.d	0,09	0,13	0,12	b.d.d	0,12	b.d.d	b.d.d
La	0,05	24,19	20,75	24,17	24,02	25,15	1,66	25,25	24,48	25,74	32,39	33,18	33,95	27,86	29,58	29,12
Lu	0,001	0,45	0,44	0,44	0,45	0,39	0,03	0,39	0,38	0,42	0,51	0,52	0,38	0,43	0,17	0,31
Mo	0,35	0,39	0,63	0,64	0,81	0,44	0,03	0,62	0,40	0,55	0,65	0,71	0,65	0,81	0,63	2,38
Nb	0,06	7,73	7,71	7,80	7,68	7,98	0,30	7,99	7,94	8,05	9,93	9,79	10,45	8,10	7,61	8,59
Nd	0,03	24,74	21,48	25,10	25,08	25,98	1,91	25,87	24,66	25,09	31,39	32,34	31,87	27,28	23,02	26,85
Ni	4,50	11,01	8,96	12,00	11,09	12,13	1,10	12,11	12,24	14,51	14,48	14,12	22,41	12,30	12,44	22,14
Pb	1,40	20,58	20,04	23,75	22,15	19,93	0,69	18,50	20,57	19,49	20,52	20,35	19,59	19,48	33,26	17,07
Pr	0,01	6,36	5,51	6,43	6,40	6,68	0,47	6,66	6,36	6,89	8,14	8,31	8,27	7,03	6,44	7,04
Rb	0,35	155,70	139,40	119,30	130,30	161,10	6,60	169,80	152,70	146,90	141,10	138,90	131,70	168,70	167,70	127,40
Sb	0,20	0,23	0,14	b.d.d	b.d.d	b.d.d	0,00	b.d.d	0,22	0,25	b.d.d	0,13	0,38	0,15	0,34	0,77
Sm	0,01	5,48	4,86	5,48	5,74	5,66	0,40	5,66	5,49	5,47	6,76	7,00	6,70	6,03	4,28	5,36
Sn	0,40	4,88	2,06	3,51	2,70	4,88	0,12	4,19	3,53	3,88	4,42	3,90	3,38	4,07	6,73	1,78
Sr	1,20	97,14	100,50	108,40	106,80	93,14	2,05	99,97	98,30	101,10	128,60	121,90	140,30	109,30	309,30	457,30
Ta	0,02	0,85	0,80	0,68	0,71	0,93	0,04	1,15	0,86	0,85	0,96	0,89	0,98	0,95	1,05	0,84
Tb	0,006	0,83	0,76	0,78	0,84	0,78	0,05	0,83	0,78	0,81	0,99	1,02	0,89	0,87	0,45	0,67
Th	0,02	8,66	7,83	8,89	8,48	8,89	0,71	9,11	8,50	9,66	11,19	11,81	11,09	10,34	13,85	22,48
Tm	0,005	0,45	0,43	0,41	0,42	0,37	0,03	0,39	0,38	0,41	0,51	0,52	0,37	0,44	0,16	0,30
U	0,04	4,09	2,44	2,39	2,27	4,71	1,52	4,53	2,46	2,98	4,04	3,79	2,85	4,02	7,93	7,18
V	0,60	26,28	25,45	27,32	25,58	27,02	1,36	28,08	26,81	27,29	47,62	43,27	72,93	28,35	30,76	145,90
W	0,30	1,53	0,78	0,81	0,83	0,85	0,04	0,85	0,82	0,85	1,11	0,95	1,40	1,02	0,84	2,07
Y	0,40	29,04	28,89	26,42	28,20	24,50	1,84	28,48	25,82	28,31	35,19	36,02	27,61	30,02	12,14	21,51
Yb	0,003	3,02	2,89	2,88	2,93	2,51	0,17	2,59	2,51	2,74	3,39	3,50	2,47	2,95	1,13	2,04
Zn	11,00	55,12	53,29	50,69	52,60	58,70	3,29	58,61	61,00	60,83	74,23	72,12	90,84	66,79	42,91	81,10
Zr	1,30	171,80	163,30	182,60	176,00	176,20	6,30	187,60	166,40	178,20	227,40	216,60	209,60	176,40	122,20	193,20
(La)N		98,90	84,83	98,81	98,20	102,82	6,79	103,23	100,08	130,09	132,42	135,65	138,80	113,90	120,93	119,05
(La/Lu)N		5,56	4,90	5,70	5,57	6,70	0,03	6,76	6,65	6,95	6,66	6,65	6,68	18,28	9,78	
ΣREE		132,64	116,69	132,83	133,30	139,20	9,17	137,40	131,32	171,27	168,88	172,71	168,79	145,85	130,75	143,94

Table 5: Whole rock trace element compositions (ppm) of the samples. b.d.d.: below detection limit. See also table 4.

Samples		$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr} \pm (\times 10^{-6})$	$^{143}\text{Nd} / ^{144}\text{Nd} \pm (\times 10^{-6})$
LG 1.1		0,733396	9
LG 2.1		0,732398	11
LG 4.1		0,731241	12
LR 1.1		0,730502	9
LR 1.2		0,729888	9
LR 2.2		0,732360	9
LR 4.1		0,731188	9
LGOT 1.1		0,734630	10
LGOT1.1.C		0,733443	11
LGOT1.1.Bis		0,735154	9
LGOT 1.2		0,732857	10
LGOT1.2.C		0,735264	10
LGOT1.3.H		0,735225	10
LGOT1.3.B		0,734233	10
LRB 1.1.		0,730730	10
LRB1.2		0,731391	10
LRBN 1.1	n=2	0,734412	9
	σ	0,000460	0,000010
LRBN 1.2	n=2	0,733892	9
	σ	0,000280	0,000010
LAH 1.1.		0,741525	9
LAH1.3		0,737695	8
LAH 1.4		0,730774	8
LAH 2.1		0,733738	8
LALS 1.1	n=2	0,744780	8
	σ	0,000720	0,000012
LALS 3.1.2		0,743382	8
LAGOT 1.1.		0,740306	10
LAGOT 1.2		0,739414	8
LOUV		0,732876	9
LGOTBE		0,733788	9
PLT		0,729988	9
LALS		0,738852	8
QE		0,712904	9
654		0,707089	9

Table 6: Sr and Nd whole rock isotopic data. See also table 4.

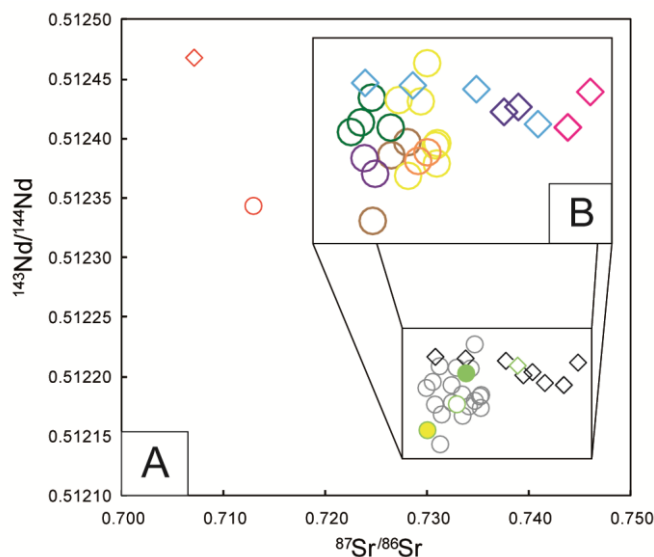


Fig. 8: (A) $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ versus $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$. (B) Detail of (A). Same symbols and colours as for Fig. 4.

5.4. Magnetic properties

For the samples from Louvigné, the intensity of the Natural Remanent Magnetisation (NRM) is variable ($9.22 \cdot 10^{-4}$ - $1.55 \cdot 10^{-1}$ A/m) and the magnetic susceptibility (χ) is low ($17.1 \cdot 10^{-5}$ - $32.4 \cdot 10^{-5}$ SI; Table 7, Fig. 9A). The Saturation Remanent Magnetisation value (J_{rs}) and the Remanent Coercive Field value (H_{cr}) of the Louvigné reference population fall in the ranges of $1.68 \cdot 10^{-1}$ - 14.7 A/m and 20.4-103.0 mT, respectively (Table 7, Fig. 9B). The Louvigné magnetic fabrics are weak with K_1/K_3 ranging from 1.01 to 1.05 and are mostly oblate (Table 7, Fig. 9C). In the Lanhélin samples, the intensity of NRM, χ , J_{rs} and H_{cr} exhibit low values (NRM = $4.32 \cdot 10^{-4}$ - $6.23 \cdot 10^{-3}$ A/m; χ = $13.6 \cdot 10^{-5}$ - $21.2 \cdot 10^{-5}$ SI; J_{rs} = $5.59 \cdot 10^{-2}$ - 1.58 A/m; H_{cr} = 22.6-34.9 mT; Table 7 and Fig. 9). The Lanhélin magnetic fabrics are also weak with K_1/K_3 in the ranges of 1.03-1.05 and are mostly prolate (Table 7 and Fig. 9C). Such weak anisotropy ratios are classical in weakly deformed granitic rocks (e.g. Bouchez, 2000; Creixell et al., 2006; Ghalamghash et al., 2009). Similarly, most of the other magnetic properties are consistent with those usually found in granitic rocks (e.g. Bouchez, 2000; Otofujii et al., 2000).

		NRM (A/m)	x (1e-05SI)	Jrs (A/m)	Hcr (mT)	K ₁ /K ₂	K ₂ /K ₃	K ₃ /K ₃
LG1.1	n=8	1,63E-02	3,24E+01	1,47E+01	2,17E+01	1,02E+00	1,02E+00	1,04E+00
	σ	5,75E-03	1,97E+00	4,95E-01	2,96E-01	7,47E-03	5,41E-03	9,50E-03
LG2.1	n=3	9,22E-04	1,91E+01	2,00E-01	3,14E+01	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00
	σ	2,70E-04	1,03E+00	3,44E-02	3,14E+00	1,50E-03	1,50E-03	3,33E-03
LG4.1	n=3	3,35E-03	2,22E+01	1,69E+00	3,62E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00
	σ	1,31E-03	1,23E+00	6,03E-01	1,19E+00	4,67E-03	4,40E-04	4,89E-03
Mean LG	n=14	6,28E-03	2,67E+01	1,70E+00	3,01E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00
	σ	7,48E-03	5,80E+00	5,53E+00	5,83E+00	8,43E-03	5,50E-03	1,14E-02
LR1.1	n=3	7,98E-04	2,13E+01	2,32E-01	7,66E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	1,42E-04	6,18E-01	2,62E-02	3,87E+00	3,11E-03	2,44E-03	1,33E-03
LR1.2	n=3	1,56E-03	2,06E+01	1,24E+00	8,41E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00
	σ	1,75E-04	1,03E+00	2,26E-02	6,35E-01	2,44E-03	2,89E-03	2,44E-03
LR2.2	n=4	5,36E-04	1,80E+01	1,68E-01	1,03E+02	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00
	σ	9,33E-05	1,85E+00	3,90E-03	1,67E+01	3,25E-03	2,00E-03	3,00E-03
LR4.1	n=3	4,22E-03	2,49E+01	2,83E+00	5,53E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	3,64E-03	1,85E+00	3,17E+00	4,27E+01	5,00E-04	6,50E-03	5,33E-03
Mean LR	n=13	1,21E-03	2,08E+01	6,57E-01	7,85E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	2,13E-03	2,26E+00	1,33E+00	1,58E+01	3,23E-03	5,01E-03	6,04E-03
LGOT1.1	n=3	4,71E-02	2,83E+01	8,33E+00	2,15E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,04E+00
	σ	9,50E-03	1,64E+00	1,15E+00	5,13E-01	5,00E-03	1,05E-02	1,62E-02
LGOT1.1.C	n=3	4,12E-02	2,36E+01	9,14E+00	2,04E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,03E+00
	σ	6,21E-03	2,26E+00	6,84E-01	5,42E-01	8,44E-03	5,33E-03	1,42E-02
LGOT1.1.Bis	n=3	4,65E-02	2,02E+01	2,34E+00	3,25E+01	1,01E+00	1,03E+00	1,05E+00
	σ	3,72E-01	7,82E+00	5,94E+00	8,67E+00	1,11E-03	1,53E-02	1,53E-02
LGOT1.2	n=3	8,49E-02	2,05E+01	6,55E+00	2,48E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00
	σ	1,15E-02	2,26E+00	1,28E+00	4,00E+00	2,22E-03	5,11E-03	2,67E-03
LGOT1.2.C	n=3	9,37E-03	2,45E+01	7,76E+00	2,35E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,03E+00
	σ	2,55E-03	9,28E-01	4,20E-01	6,90E-01	5,25E-03	4,50E-03	4,75E-03
LGOT1.3.H	n=3	1,55E-01	2,10E+01	2,58E+00	2,87E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00
	σ	3,81E-01	1,03E+00	1,51E+00	5,36E+00	6,00E-03	1,76E-02	2,33E-02
LGOT1.3.B	n=3	4,82E-03	2,31E+01	3,83E+00	3,32E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	1,23E-03	1,85E+00	4,17E-01	2,63E+00	2,00E-03	4,67E-03	3,33E-03
Mean LGOT	n=21	3,22E-02	2,30E+01	4,81E+00	2,61E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00
	σ	1,42E-01	3,39E+00	2,97E+00	6,39E+00	5,03E-03	1,04E-02	1,36E-02
LRB1.1	n=3	9,87E-03	2,43E+01	5,20E+00	8,78E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	1,18E-03	1,64E+00	3,01E-01	1,10E+02	1,11E-03	3,33E-03	4,00E-03
LRB1.2	n=6	1,44E-03	2,19E+01	1,33E+00	7,50E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	5,74E-04	9,25E-01	7,34E-02	2,05E+00	3,78E-03	1,56E-03	3,11E-03
Mean LRB	n=9	2,73E-03	2,27E+01	2,30E+00	7,99E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	3,73E-03	1,28E+00	1,86E+00	5,99E+01	2,89E-03	2,50E-03	4,17E-03
LRBN1.1	n=6	1,21E-03	1,83E+01	1,73E-01	3,19E+01	1,00E+00	1,02E+00	1,02E+00
	σ	1,49E-04	1,08E+00	2,53E-02	1,89E+00	2,00E-03	2,83E-03	2,89E-03
LRBN1.2	n=4	7,49E-04	1,71E+01	1,67E-01	3,21E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	1,99E-04	1,16E+00	4,19E-02	3,81E+00	1,75E-03	3,25E-03	5,00E-03
Mean LRBN	n=10	9,97E-04	1,78E+01	1,70E-01	3,20E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	1,99E-04	1,16E+00	4,19E-02	3,81E+00	1,75E-03	3,25E-03	5,00E-03
LAH1.1	n=3	2,29E-03	1,76E+01	5,56E-01	2,83E+01	1,02E+00	1,01E+00	1,04E+00
	σ	4,34E-03	6,18E-01	1,16E+00	6,91E+00	7,56E-03	1,33E-03	5,33E-03
LAH1.3	n=3	4,31E-04	1,36E+01	1,01E-01	3,41E+01	1,03E+00	1,01E+00	1,04E+00
	σ	1,17E-04	4,13E-01	9,41E-02	5,85E+00	5,56E-03	4,44E-03	3,11E-03
LAH1.4	n=3	1,00E-03	1,55E+01	5,59E-02	3,49E+01	1,02E+00	1,02E+00	1,03E+00
	σ	2,08E-03	4,71E-01	1,79E-03	5,79E-01	2,22E-03	3,33E-03	1,56E-03
LAH2.1	n=3	4,22E-03	1,76E+01	1,58E+00	2,26E+01	1,03E+00	1,02E+00	1,04E+00
	σ	2,01E-03	6,18E-01	1,25E-01	3,85E-01	2,22E-03	1,33E-03	2,67E-03
Mean LAH	n=12	1,43E-03	1,60E+01	3,24E-01	2,87E+01	1,02E+00	1,02E+00	1,04E+00
	σ	2,85E-03	1,52E+00	8,40E-01	6,35E+00	6,10E-03	3,92E-03	5,29E-03
LALS1.1	n=3	5,08E-03	1,86E+01	1,53E+00	2,28E+01	1,03E+00	1,02E+00	1,05E+00
	σ	6,00E-03	1,34E+00	1,10E+00	4,42E+00	3,00E-03	5,00E-04	8,89E-03
LALS3.1(2)	n=4	6,47E-04	2,12E+01	6,93E-02	3,18E+01	1,03E+00	1,01E+00	1,05E+00
	σ	2,27E-04	5,21E+00	3,57E-02	3,78E+00	6,25E-03	2,75E-03	4,12E-03
Mean LALS	n=7	1,56E-03	2,01E+01	2,39E-01	2,78E+01	1,03E+00	1,01E+00	1,05E+00
	σ	5,51E-03	3,59E+00	8,73E-01	5,11E+00	6,04E-03	3,14E-03	6,08E-03
LAGOT1.1	n=3	1,67E-03	1,78E+01	5,92E-01	3,32E+01	1,03E+00	1,02E+00	1,05E+00
	σ	6,39E-03	2,10E+00	9,95E-01	4,31E+00	1,50E-03	1,10E-02	1,09E-02
LAGOT1.2	n=2	6,23E-03	1,53E+01	1,53E+00	3,28E+01	1,03E+00	1,03E+00	1,05E+00
	σ	1,45E-03	4,65E-01	2,20E-01	2,32E+00	6,25E-03	2,75E-03	1,30E-02
Mean LAGOT	n=5	2,83E-03	1,67E+01	9,51E-01	3,30E+01	1,03E+00	1,02E+00	1,05E+00
	σ	4,45E-03	2,12E+00	6,07E-01	3,31E+00	1,44E-03	1,00E-02	1,13E-02
LOUV	n=3	1,45E-02	3,18E+01	1,23E+01	2,53E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00
	σ	9,45E-03	4,12E+00	2,37E-01	2,86E+00	5,50E-03	1,50E-03	1,40E-02
LGOTBE	n=3	1,58E-03	2,12E+01	1,01E+00	5,49E+01	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00
	σ	1,13E-04	1,85E+00	4,30E-01	1,13E+00	1,50E-03	2,00E-03	2,00E-03
PLT	n=3	3,00E-03	2,27E+01	1,21E+00	8,79E+01	1,01E+00	1,02E+00	1,04E+00
	σ	2,19E-03	2,06E+00	1,04E+00	3,34E+01	5,56E-03	4,00E-03	2,67E-03
LALS	n=3	1,05E-02	1,76E+01	2,03E+00	1,57E+01	1,05E+00	1,05E+00	1,10E+00
	σ	3,89E-03	6,18E-01	5,46E-01	2,05E+00	4,05E-02	2,75E-02	4,91E-02
QE	n=10	1,72E-03	1,11E+01	6,07E-02	5,63E+01	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00
	σ	7,94E-05	2,38E+00	2,15E-03	1,99E+00	1,31E-03	1,68E-03	2,72E-03
654	n=25	1,33E-01	1,34E+03	2,35E+01	2,06E+01	1,04E+00	1,02E+00	1,06E+00
	σ	4,33E-02	7,07E+01	6,39E+00	9,43E-01	4,72E-03	1,30E-02	8,17E-03

Table 7: Geometric mean magnetic properties (NRM, χ , Hcr, Jrs and AMS parameters) of each sample and geometric mean values per quarry (see table 1 for the meaning of the quarry acronyms). n is the number of analysed specimens.

The intensity of NRM and χ for samples LOUV, LGOTBE, PLT and LALS match those from the Louvigné and Lanhélin reference populations, respectively (Table 7 and Fig. 9). Sample LALS can be distinguished from the Lanhélin population, with a significantly lower Hcr value (Table 7 and Fig. 9B). The Jrs and Hcr values and AMS tensor characteristics of samples LOUV, LGOTBE and PLT match those from the Louvigné rock type (Table 7 and Fig. 9C). The AMS tensor characteristics of sample LALS are different from those from the Lanhélin reference population (e.g. high K_1/K_3 ; Fig. 9C).

Sample QE has a low intensity of NRM, χ , Jrs and Hcr values (Table 7 and Fig. 9A et 9B) and is almost isotropic ($K_1/K_3 = 1.01$; Table 7 and Fig. 9C). In contrast, sample 654 has a high intensity of NRM and a very high χ (Table 7 and Fig. 9), which indicates that ferromagnetic grains are more abundant, or different in nature, than in all the other samples. Sample 654 is also characterised by a high Jrs value and a very low Hcr value (Table 7 and Fig. 9B). It presents the strongest magnetic anisotropy found among all our samples ($K_1/K_3 = 1.06$; Table 7 and Fig. 9C).

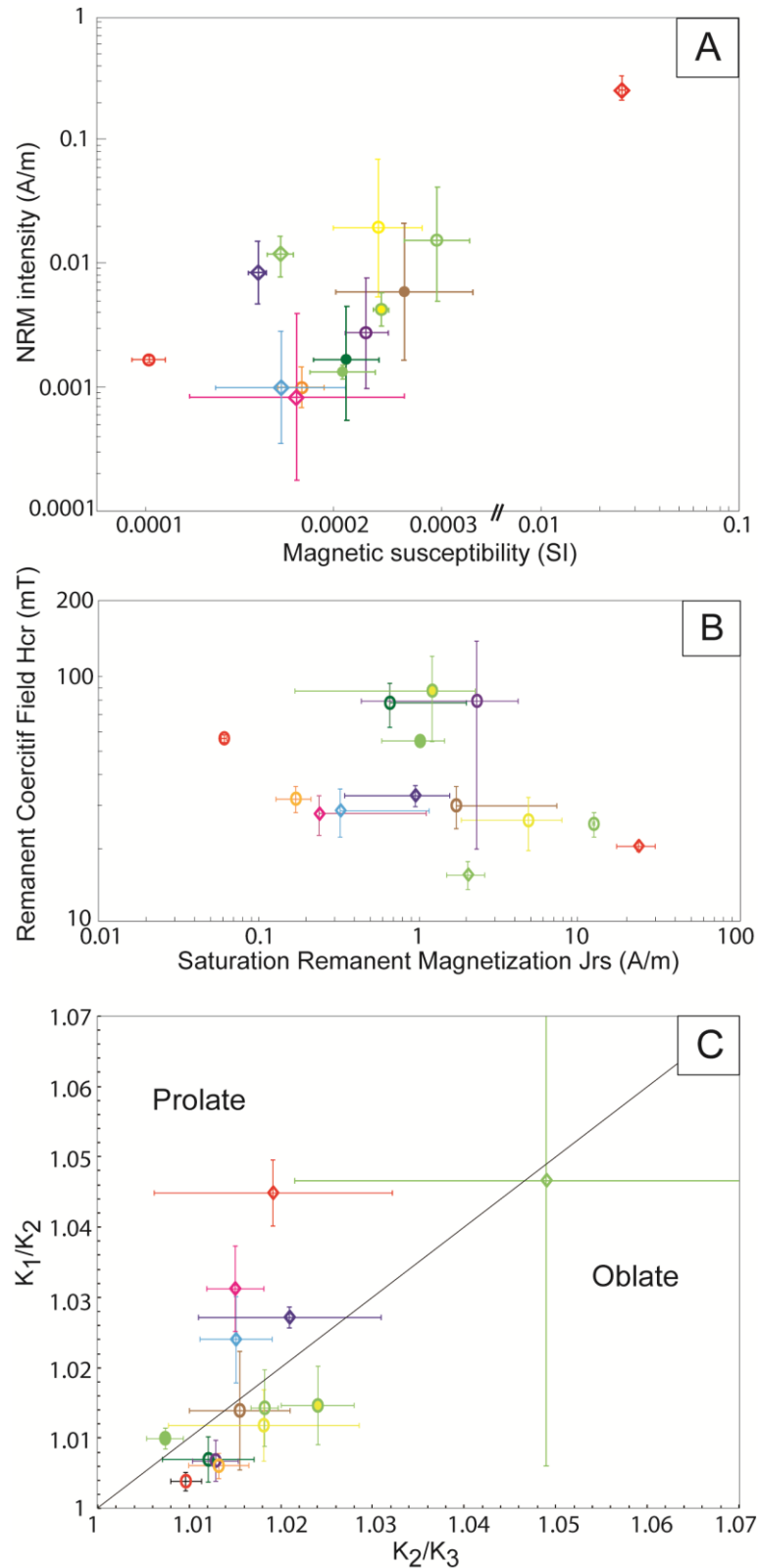


Fig. 9: Average magnetic properties of the samples from each quarry of the Louvigné and of the Lanhélin reference populations and magnetic properties of each erratic and foreign sample. (A) Magnetic susceptibility (χ) versus Natural Remanent Magnetisation (NRM), (B) Isotherm Remanent Magnetisation with Jrs and Hcr, and (C) Anisotropy of Magnetic Susceptibility (K_1/K_2 versus K_2/K_3 modified from Flinn, 1962). Same symbols and colours as for Fig. 4.

6. Discussion

6.1. *Variability within the Louvigné or the Lanhélin reference populations*

In a given reference population, the quantitative variables (mode, geochemistry and magnetic property) exhibit two types of behaviours. Some vary over small ranges, so that the differences between the extreme values of the variation range are not significant within the error bars (Table 2). In contrast, the others vary over relatively large ranges and the differences between the extreme values of the range are significant. For example, alkali feldspar contents from the Louvigné samples LRB1.1 and LG2.1 are significantly different and define the range of variations found for the whole Louvigné reference population (Table 3). Similarly, Cs, U and Sn contents vary significantly within the Louvigné and the Lanhélin samples (Fig. 7C, Table 5). It is the same for the intensity of NRM and the Jrs values within both reference populations (Fig. 9A, 9C, Table 7).

It is known that in a given intrusion, local petrological, geochemical or geophysical heterogeneities do occur. For example, local segregations of crystals within a melt, interactions between magma batches, or early to late localised fluid circulations, can modify rock compositions (e.g. Cobbing, 2000; Barbey, 2009). Also, depending on the magma emplacement mechanisms and on internal strain patterns, magnetic properties may vary significantly within an intrusion, for example according to the distance to the contact (e.g. Bouchez et al., 1997). So, a question is to know if some of the variations observed within both reference populations reflect local heterogeneities corresponding to a specific signature from a group of quarries, from a quarry or from a part of a quarry.

Some variables vary significantly within a given quarry. For example, a sample from the Rault Granit (LR1.2) at Louvigné is significantly richer in quartz than the other samples from the same quarry (Fig. 4; Table 3). Nevertheless, the quartz content is in the range of the whole Louvigné reference population. Thus, this cannot be considered as a specificity of the Rault Granit quarry.

The comparison of the ranges of variations between quarries from the same intrusion shows small differences. For example, for Louvigné, some samples from the Rébillion Granit (LRB) appear slightly richer in quartz, plagioclase, CaO, Na₂O, Al₂O₃, Bi, Eu, Sr or V contents, but poorer in alkali feldspar, biotite, Si₂O, Be, Lu or Tb contents, than some samples from the other Louvigné quarries (Tables 3, 4, 5, Fig. 4, 5, 6,7). Similarly, magnetic properties seem to

differ between quarries or groups of quarries. In Fig. 9B, two groups of Hcr values appear among the Louvigné quarries: (1) Générale du Granit, Graniouest and Rocher Baron (21.5-36.3 mT) and (2) Rébellion Granit and Rault Granit (69.8-141.0 mT). Most of these differences are not significant (Table 2). Thus, considering the internal variability at the scale of a quarry, none of the quarries exhibits a specific signature, discriminative enough to distinguish it from the other quarries from the same intrusion. It is thus impossible to trace back the exact quarry from where a sample was extracted.

Independently, in some quarries where only two samples were collected, the internal variability is observed to match that of the entire corresponding reference population (e.g. Rébellion Granit versus Louvigné). In other examples, the range of data from a quarry is significantly smaller than that of the reference population (e.g. La Socal versus Lanhélin). It remains difficult to assess whether this last observation results from a non-exhaustive sampling of the quarry (with only two samples) or reflects a real homogeneity (with relatively small variation ranges) of the building stone at the scale of some quarries. In any case, such a characteristic remains useless to accurately identify a quarry.

6.2. *The “gray-blue” Louvigné versus the “blue” Lanhélin*

The qualitative difference that can be made by naked-eye observations, especially using the respective colours of the Louvigné and the Lanhélin rock types (Fig 2) remains rather subjective. In contrast the quantitative “enclave density” variable, which corresponds to a case A variable (Fig. 3), is clearly discriminative (> 2 enclaves/m² for Louvigné and ~ 0.9 enclaves/m² for Lanhélin). Beside quantitative estimates of enclave density, a qualitative observation of the relative amount of enclaves, independently of their sizes, remains visually discriminative between the two rocks, even from exposed surfaces as small as our samples.

At the microscopic scale, a major difference between Louvigné and Lanhélin is the nature of the alkali feldspar: orthoclase for Louvigné and microcline for Lanhélin. Accessory cordierite and garnet, which are known to occur in the Louvigné and the Lanhélin granodiorites respectively (Jonin, 1981), were not observed in our samples. However, one cannot rule out the possibility that they might occur in some commercialised Louvigné or Lanhélin stones, so that cordierite or garnet can still be respectively specific of these building stones. Alternatively, though they are absent from our reference populations, the presence of these

accessory phases in any building stone does not preclude that it might belong to Louvigné or Lanhélin.

Some samples from the Louvigné reference population are richer in biotite (up to 19 vol.%) and in alkali feldspar (up to 22 vol.%) than most of those from the Lanhélin stones (less than 15 vol.%; Table 2). These two variables are partly discriminative and therefore correspond to examples of case B (Fig. 3). Similarly, plagioclase contents are different. Indeed, a Louvigné building stone can be significantly poorer in plagioclase (down to 32 vol.%) than most of the Lanhélin building stones (up to 44.5 vol.%; Table 2; Fig. 3). So, modes are not discriminative for most samples, their compositions plotting in the overlapping range between the two reference populations. In contrast, a few samples with extreme values are distinguishable from the reference population to which they are compared. Similarly, many other variables (chemical contents and magnetic properties) also behave as in case B of Fig. 3. In contrast, the elements that differentiate the Louvigné from the Lanhélin building stones (e.g. TiO_2 , Fe_2O_3 , MgO , Cu , V) are highlighted by the different shapes of the multi-elementary patterns shown by the two reference populations (Fig. 7A). This illustrates that such graphs in which the mean composition of a reference population is used to normalise chemical contents are powerful tools to discriminate different building stones. Concerning the AMS data, the results show that not all of the Louvigné samples differ from those from Lanhélin. Although slightly oblate or prolate fabrics ellipsoids seem to dominate in the Louvigné or the Lanhélin samples, respectively (Fig. 9C), magnetic properties remain poorly discriminative.

Several variables differentiate the Louvigné samples from those from Lanhélin. Both discriminative ones (e.g. nature of the alkali feldspar, TiO_2 , MgO , Cu , V contents) and partly discriminative ones (e.g. vol.% biotite, Al_2O_3 , MnO , K_1/K_2) show that all the quarries from a same intrusion exhibit a common signature. Samples from a quarry of a given intrusion are thus clearly different from those from a quarry from another intrusion. Since a commercialised type of building stone appears relatively homogeneous over the quarries mining the same intrusion, it appears that the intrusion is a pertinent scale to define a building stone. It is obvious that, in composite intrusions providing different building stones from distinct internal geological units, the scale of these units becomes relevant. In addition, the examples of the Louvigné and the Lanhélin building stones, both from the Mancelian Batholith, illustrates that the distinction between two populations of samples from the same batholith can be made. Although at the batholith scale, magmatic rocks often share many common characteristics as they likely result from very similar petrogenetic processes

involving common sources within the same tectonic context, the detailed magmatic and subsolidus evolutions of the Louvigné and the Lanhélin rocks were different. By extension, it follows that building stones extracted from different batholiths should be rather easy to distinguish.

6.3. *Specifying the provenance of erratic samples LOUV, LGOTBE, PLT and LALS*

The four erratic samples (LOUV, LGOTBE, PLT and LALS) are supposed to come from Louvigné or Lanhélin (Table 1). Although some of these samples (PLT and LALS) potentially do not match commercial requirements, their comparison with the reference populations simulates a case of expertise. In contrast to the previous section aimed to point out differences, we discuss here similarities between rocks.

Samples LOUV, LGOTBE, PLT and LALS bear the same general petrographic, geochemical and magnetic characteristics as the respective reference populations to which they are supposed to belong (Table 1; section 5). If not all, most of the variables overlap as in case C (Fig. 3). Our interpretation is therefore that samples LOUV, LGOTBE and PLT belong to the Louvigné reference population and that sample LALS is a Lanhélin building stone. Consequently, samples PLT and LALS could have been used as marketable building stones, as were samples LOUV and LGOTBE. This illustrates how comparisons between granitic samples of unknown origin with previously characterised reference populations are efficient in fingerprinting the provenance of building stones. Only a few significantly different variables are sufficient to discriminate different rocks. In contrast, a maximum of variables with equivalent values within errors are necessary to prove similarities between rocks, the larger the number of similar variables, the more accurate the determination of the provenance of a rock.

In details, samples PLT and LALS exhibit some small differences with their respective reference populations. A few variables behave as in case B (Fig. 3). For example, sample PLT is poorer in alkali feldspar (orthoclase) and is richer in plagioclase, Fe_2O_3 , V and Zn contents than most samples from Louvigné (Tables 3, 4, 5). Similarly, sample LALS is richer in quartz and alkali feldspar (microcline), but poorer in plagioclase, than the Lanhélin reference population (Table 3 and Fig. 4). Sample LALS also exhibits a lower Hcr value and its AMS characteristics are significantly different when compared to the Lanhélin reference population (e.g. higher K_1/K_3 ; Table 7; Fig. 9B and 9C). These variables belong to the case A (Fig. 3).

Different reasons might explain most of these differences between the erratic samples and their respective reference populations. Our sampling strategy was supposed to cover the entire quality ranges of commercial building stones. However, some of the differences indicate that the erratic samples do not fully encompass the variability found for the Louvigné and Lanhélin reference populations (especially sample LALS versus Lanhélin or sample PLT versus Louvigné). This may result from the fact that a quarry reflect the diversity of the rocks available at a given time. Indeed, as extraction progresses, laterally or deeper into a quarry, the overall quality of the extracted rock may change. For example, sample PLT, which was picked up on a building site, may have been extracted from its quarry several years before our sampling. To be fully objective, another reason might be that our sampling was not totally representative of the rock diversity and did not strictly match the entire variations in term of the commercial qualities of the rocks. As sample LALS belongs to the reference population defined by only eight samples, less than half of those sampled from Louvigné, we cannot exclude that sample LALS slightly increase the variability ranges of a few variables in the Lanhélin reference population.

6.4. *Louvigné and Lanhélin versus foreign commercial analogues*

Sample QE shares some common petrographic characteristics with the Louvigné reference population (e.g. both are granodiorite), but, on the basis of geochemical and magnetic variables, the difference is easily made (e.g. magnesian versus ferriferous rocks, lower versus higher HREE contents, different magnetic susceptibilities). Thus, in this example, only the geochemical characteristics and/or the magnetic properties are relevant to distinguish these rocks.

Petrological, geochemical and magnetic properties clearly show that sample 654 and those from the Lanhélin reference population are different (e.g. quartz diorite versus granodiorite, richer versus poorer transition element contents, different NRM and χ). In this example, any of the methods, taken alone, is able to fully distinguish between the two different building stones.

6.5. *Implications*

Within a framework of building stone certification, potentially useful during an expertise initiated to certify that all the stones used on construction sites come from the same assumed provenance, we would have been successful in demonstrating that either the foreign commercial analogue or the genuine Louvigné /Lanhélin building stones have been used. Nevertheless, in one example (QE vs. Louvigné), geochemical and magnetic tools can be used independently whereas in the other (654 vs. Lanhélin), petrography is also discriminative. Therefore, in a general approach aiming at fingerprinting the provenance of any building stone, this study shows that one cannot define a unique universal protocol. If a unique method may be sufficient to distinguish two building stones (e.g. sample 654 versus Lanhélin using petrography), only a combination of methods will succeed in accurately demonstrating a similarity. For example, the comparison between the erratic samples and their supposed respective reference populations shows that common petrographic characteristics were insufficient by themselves to demonstrate that they came from Louvigné or Lanhélin. As also shown by sample QE or the Lanhélin samples, which are different from the Louvigné rocks, the fact that some rocks share the same granodioritic composition is not enough to prove that they have the same provenance. More generally, we suspect that, in any example involving quasi-similar building stones from different provenances, only a combination of methods such as those we have deployed in this study will succeed in differentiating them.

This work emphasises that a given granitic building stone of known provenance can be defined from the ranges of variations of many variables obtained from different tools and thus demonstrates that precise identity cards of building stones can be established. It further emphasises that coupling different methods on a set of representative samples will be convenient to attach a reliable fingerprint to a given building stone. Such identity cards could then be used by the industrials in order to insure the provenance of the material they use but also to establish labels for commercial building stones, following robust protocols still to be refined. Present regulations (e.g. ECS, 2000, 2002) and usual practices are often based on the study of a single sample and a few variables. Therefore, they have to evolve in order to integrate the variability of a reference population of samples from a large number of variables with the issue of establishing provenance labels.

In order to establish general protocols useful for industrial applications, an issue out of the scope of this paper, fingerprinting requires to successively implement state-of-the-art

quantitative methods with increasing costs and/or increasing difficulty to deploy, depending on how difficult it is to differentiate or to prove similar two building stones. Also, the volume of each sample available must be taken into account. Any general protocol should probably start with a petrographical analysis. More expensive geochemical analyses, then magnetic property measurements that require much larger sample sizes should be considered only if necessary. Although we have shown that geochemistry is not always necessary to establish differences, it becomes compulsory to unambiguously show similarities. Potentially, one ultimate technique to implement if the previous tools were not discriminative enough would be geochronology.

One of the main outcomes of this study is that a detailed characterisation involving a large number of variables is a preliminary step in order to discuss the provenance of building stones. In a context of international economic competition, fingerprinting issues should result in compiling, homogenising and feeding national and/or worldwide databases for the building stones (e.g. Kampfova and Prikryl, 2006; Cooper, 2010; Hyslop et al., 2010). Such databases could be used, not only for archaeological and historical monuments applications, but also to perform industrial expertise and/or to establish future labels of provenance. Additional and/or alternative quantified petrological, geochemical and geophysical characteristics (e.g. crystal size distributions, mineral phase chemical analysis, thermomagnetic curves, dating) and, more generally, any physical property (e.g. radioactivity, Chauris, 1993; porosity, density, ultrasonic velocity, Galán et al., 1999, Fort et al., 2010) might complement such databases.

Finally, a possible extension of the present work is to use statistical tools in order to select among a large number of quantified variables, obtained from very different methods, those that are the most relevant to distinguish two different building stones but also those that are sufficient to establish similarities. Well established statistical tools such as multivariate techniques (e.g. Principal Component Analysis and/or Hierarchical Clustering methods; Atzori et al., 1996; Garcia-Talegon et al., 1999; Inigo et al., 2005; Liritzis et al., 2008; Colao et al., 2010) might help in organising the different variables into a robust hierarchy.

7. Conclusions

Using petrographical, geochemical and magnetic characteristics of the Louvigné and Lanhélin commercial building stones, taken as examples, our study shows that (1) it is possible to fingerprint the provenance of a given building stone, provided that the intrinsic variability of

the group to which it belongs has been previously established, (2) a granitic building stone is relatively homogeneous at the scale of an intrusion (or, if the intrusion is composite and provides several building stones, at the scale of its internal geological units) even if some of the variables defining the stone cover relatively large ranges, (3) a granitic building stone may not be traced back to its original quarrying site, (4) it is possible to distinguish building stones coming from different intrusions of the same batholith, (5) the foreign commercial “analogues” of the studied building stones, but probably other, may possibly be analogues, but only from a commercial point of view, (6) a unique list of discriminative variables cannot be used to analyse and discuss the differences or similarities between stones; discriminative variables are specific to each comparison case. By extension of this work, we believe that it is possible to distinguish, or recover the provenance of, any granitic building stone coming from different batholiths, especially by combining easily reproducible techniques, as far as they provide objective, qualitative and quantitative discriminative variables. This work also emphasises that there is a need to compile an exhaustive database dedicated to fingerprint commercial building stones, an essential step if industrials wish labels of provenance to be available.

References

Les références bibliographiques de cet article ont été intégrées à celles de l’ensemble de la thèse.

3. Compléments de l'article, concernant la caractérisation des granits de Louvigné et de Lanhélin et sa validation via les comparaisons (échantillons LOUV, LGOTBE, PLT et LALS ; QE/Louvigné et 654/Lanhélin)

Afin d'illustrer la description pétrographique des granits de Louvigné et de Lanhélin se trouvant dans l'article, voici les photographies des lames minces de chaque granit (Fig. 74) et les planches d'illustrations de la minéralogie présente dans ces deux granits.

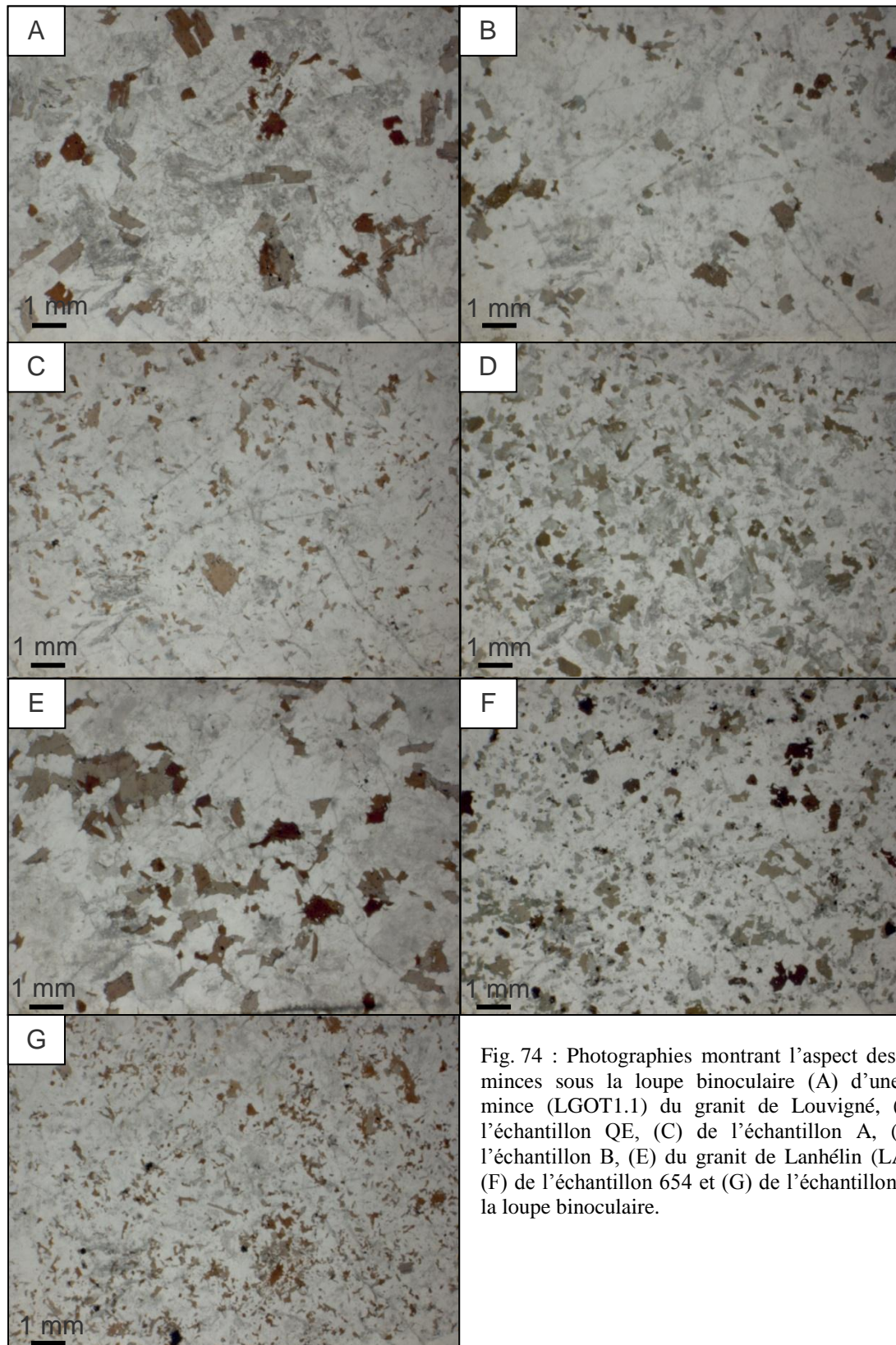


Fig. 74 : Photographies montrant l'aspect des lames minces sous la loupe binoculaire (A) d'une lame mince (LGOT1.1) du granit de Louvigné, (B) de l'échantillon QE, (C) de l'échantillon A, (D) de l'échantillon B, (E) du granit de Lanhélin (LAH1.1, (F) de l'échantillon 654 et (G) de l'échantillon SP1 à la loupe binoculaire.

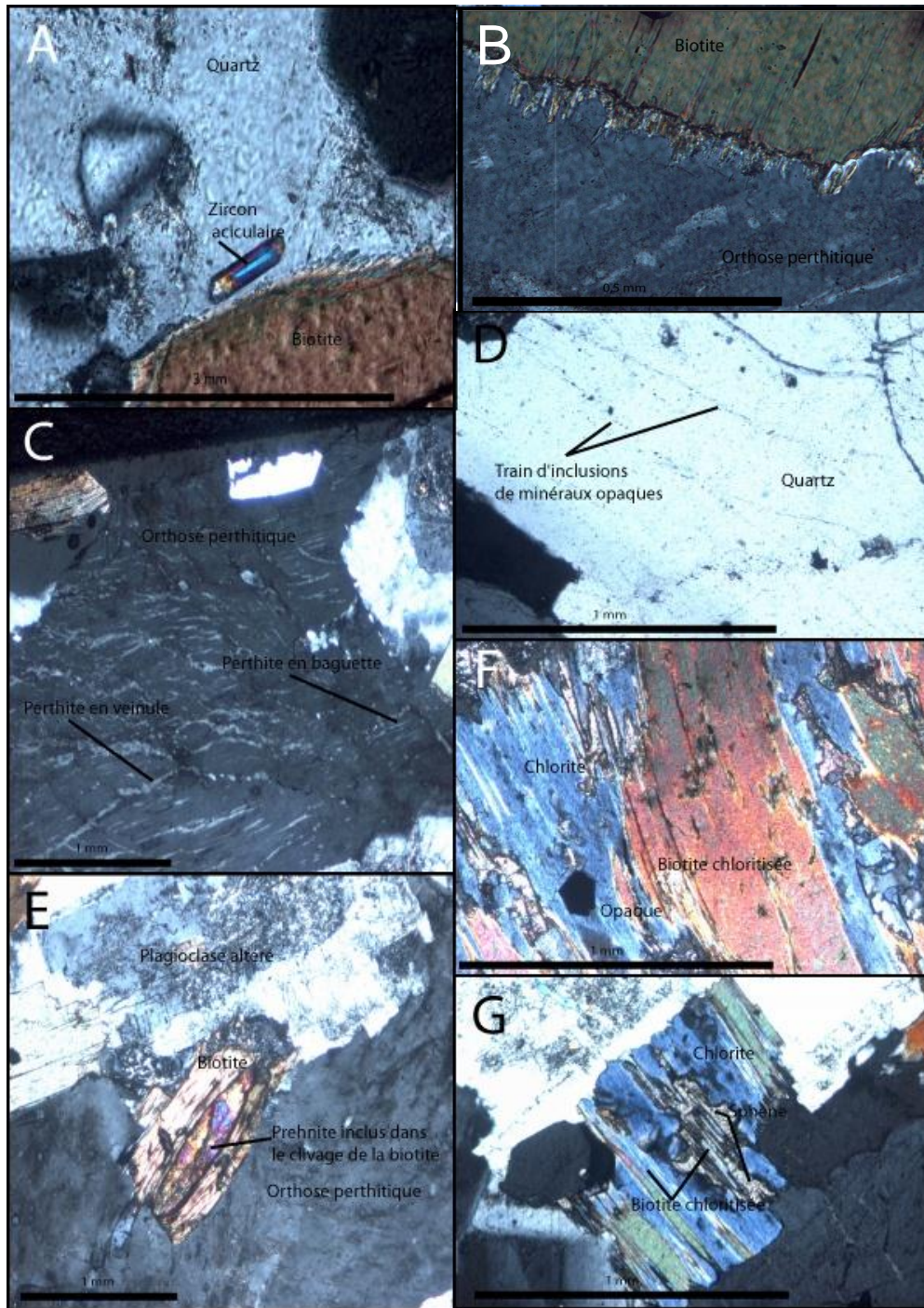


Planche VI : Photographies des principales caractéristiques minéralogiques du granit gris bleu de Louvigné en LPA. (A) Zircon de forme aciculaire, (B) Biotite et orthose perthitique, (C) orthose à deux types de perthite (e.g. en baguettes ou en veinules) au sein d'une même espèce minéral, (D) Train d'inclusions des minéraux opaques dans un cristal de quartz, (E) Inclusion de prehnite dans le clivage de la biotite et (F, G) Altération de la biotite en chlorite (F) et en sphène (G).

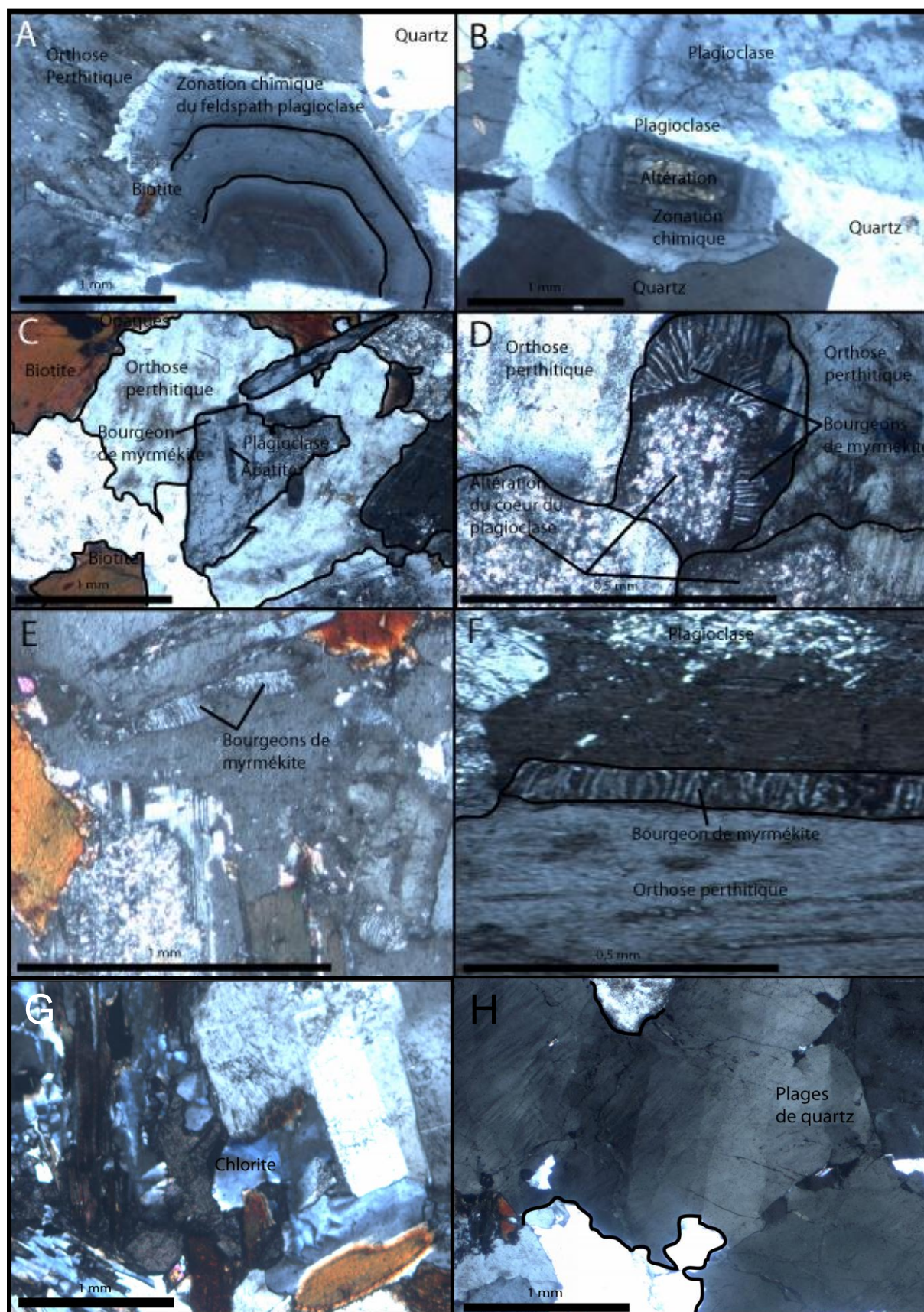


Planche VII : Suite des photographies des principales caractéristiques minéralogiques du granit gris bleu de Louvigné en LPA. (A et B) Zonation chimique du feldspath plagioclase, (C, D, E & F) bourgeons de myrmékité, (G) Chloritisation de la biotite et (H) Sous-grains de quartz.

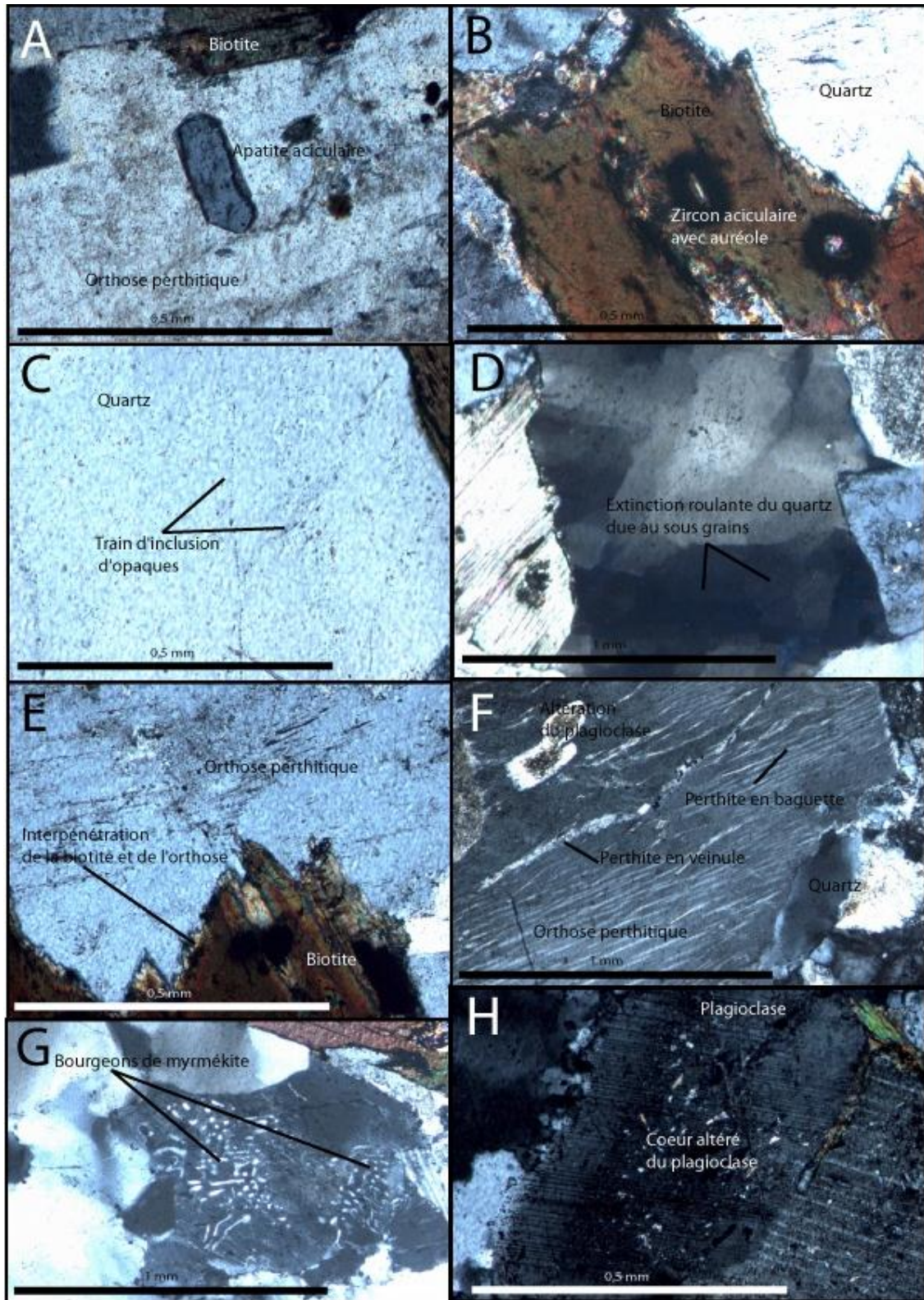


Planche VIII : Photographies des principales caractéristiques minéralogiques du granit bleu de Lanhélin en LPA. (A) Apatite aciculaire incluse dans une orthose perthitique, (B) Zircon aciculaire entouré de son auréole pléochroïque inclus dans une biotite, (C) Train d'inclusions opaques dans un cristal de quartz, (D) Extinction roulante du quartz due aux sous-grains contenus dans ce cristal, (E) Interpénétration de la biotite et de l'orthose perthitique, (F) Perthites en baguettes et en veinules dans la même orthose, (G) Bourgeons de myrmécite et (H) Altération du cœur du plagioclase en damourite.

Pour compléter la caractérisation des granits de Louvigné et de Lanhélin, voici les histogrammes de distributions des pourcentages volumiques cumulés des phases minérales présentes dans chaque granit (Fig. 75, 76). Dans ces distributions, un pic de pourcentages volumiques cumulés représentés par la biotite (12-14 vol%) se distingue des autres pour le granit de Louvigné, alors que le granit bleu de Lanhélin se caractérise par trois pics majeurs et correspondant à ceux de la biotite (10-12 vol.%), au quartz (30-32 vol.%) et le plagioclase (42-44 vol.%).

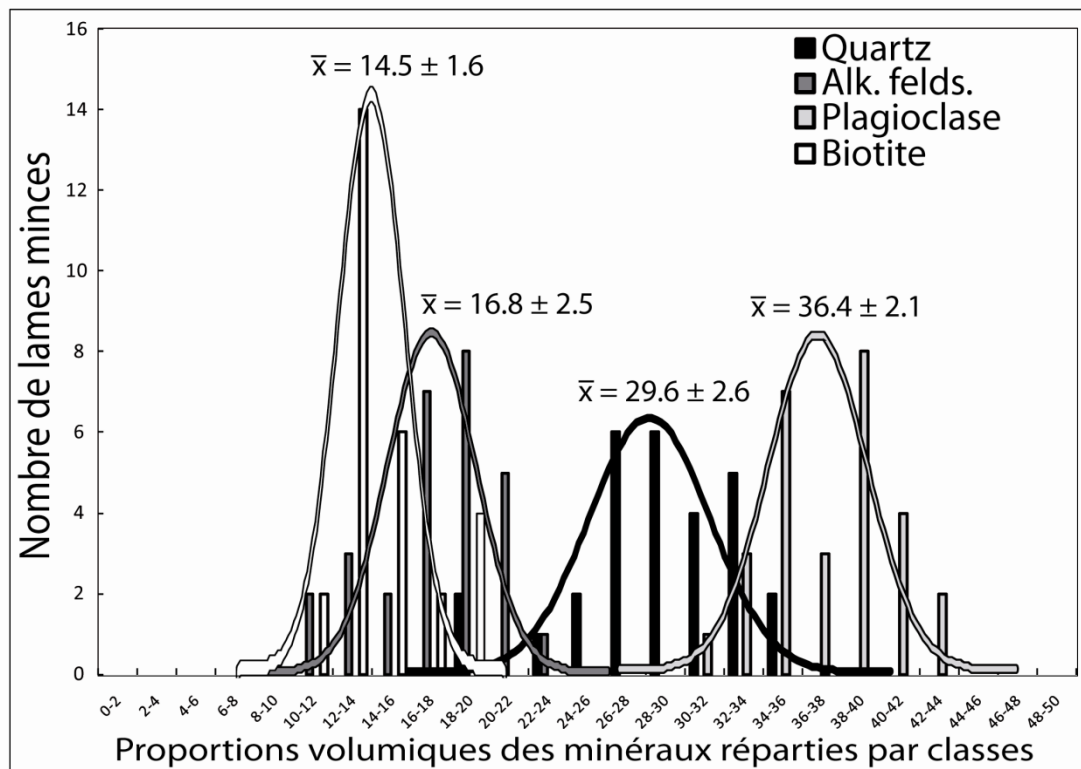


Fig. 75 : Histogramme des pourcentages volumiques cumulés des phases minérales principales présentes dans le granit gris bleu de Louvigné (valeurs moyennes et intervalle de confiance : $1,96 \times \sigma$; 95%).

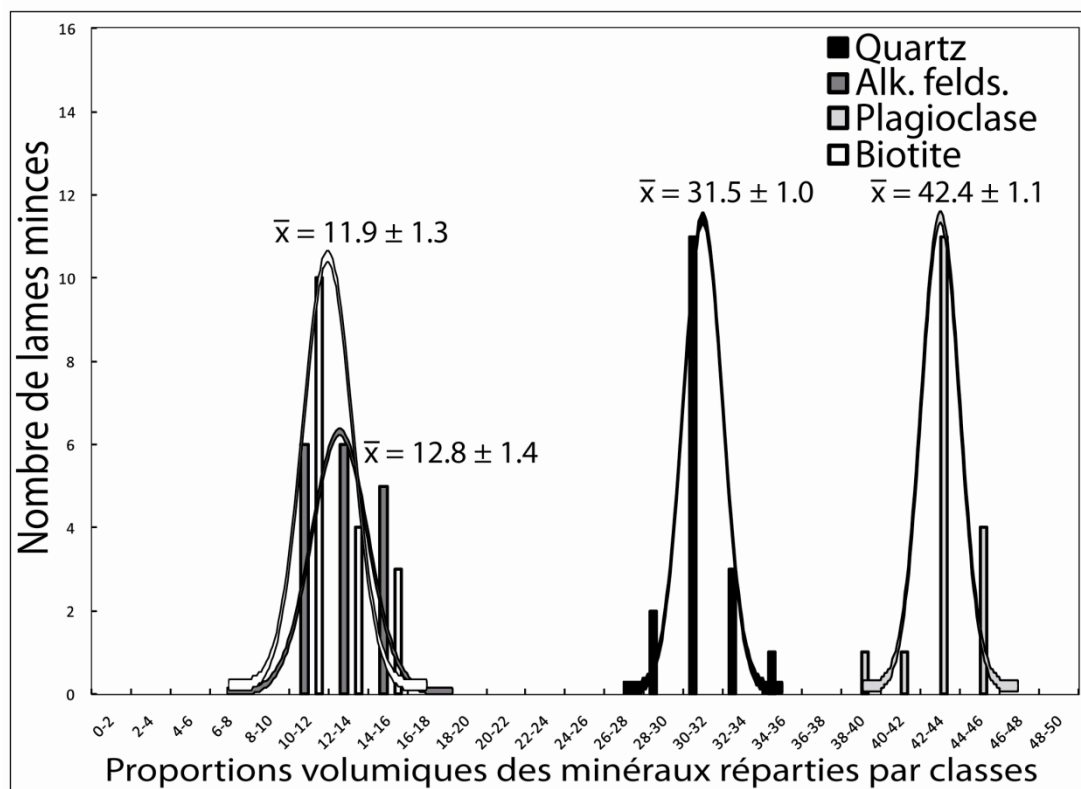


Fig. 76 : Histogramme des pourcentages volumiques cumulés des phases minérales principales présentes dans le granit bleu de Lanhélin (valeurs moyennes et intervalle de confiance : $1,96 \times \sigma$; 95%).

Les spectres normalisés des modes des échantillons de Louvigné par la moyenne du mode du granit gris bleu de Louvigné (Fig. 77) et ceux normalisés par la moyenne du mode du granit bleu de Lanhélin (Fig. 78) corroborent les résultats pétrographiques décrits dans l'article. La teneur en feldspath alcalin au sein du granit de Louvigné (spectres gris) possède une grande gamme de variation. Les différences entre les deux valeurs extrêmes sont significatives (11,2 vol.% et 22,7 vol.% ; Fig. 77). Ceci est aussi le cas dans le granit bleu de Lanhélin (Fig. 59). Le quartz, feldspath plagioclase et la biotite se comportent de la même manière que le feldspath alcalin pour le granit gris bleu de Louvigné (Fig. 77). Par contre, le plagioclase et le quartz dans le granit bleu de Lanhélin varient légèrement (petites gammes de variations). En conséquence, les différences entre les deux valeurs extrêmes de ces deux gammes de variations ne sont pas significatives en tenant compte des incertitudes (Fig. 78 ; Annexe AI-9).

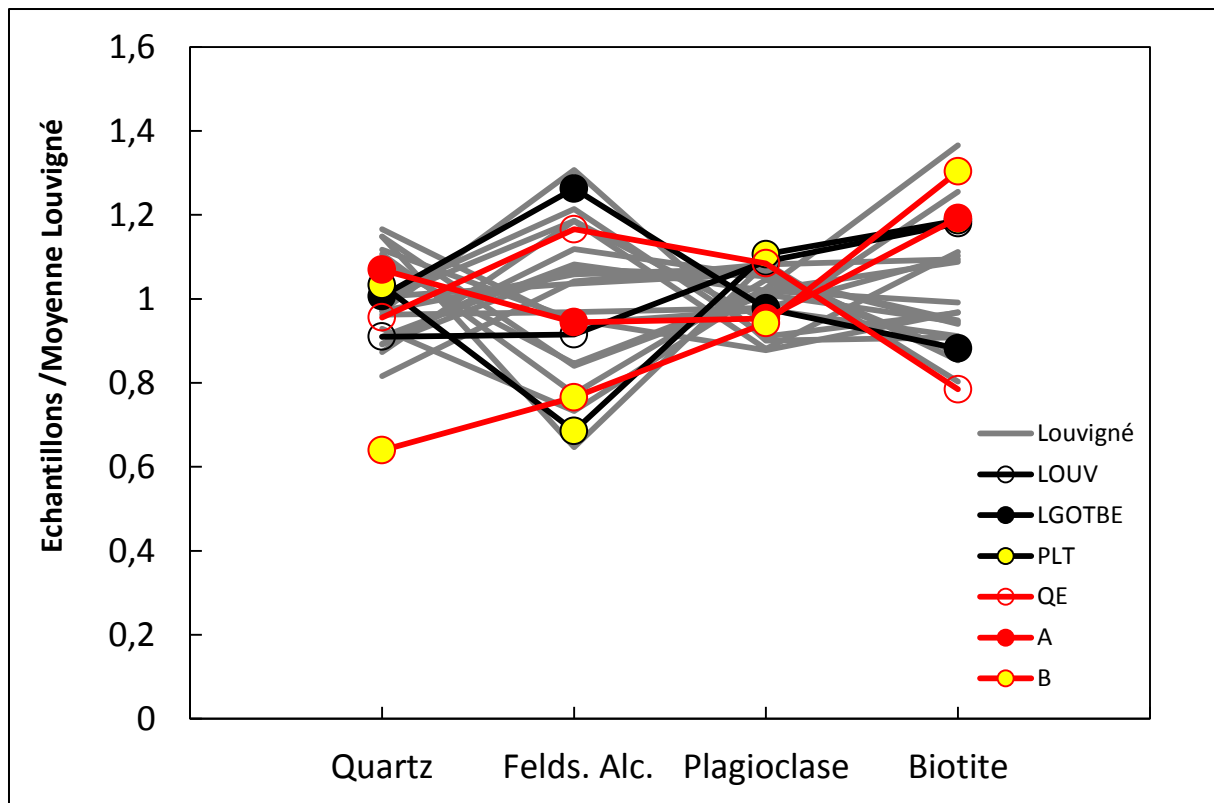


Fig. 77 : Spectres des compositions modales des échantillons de Louvigné, échantillons erratiques LOUV, LGOTBE, PLT, et des échantillons étrangers QE, A et B normalisés à la moyenne du granit gris bleu de Louvigné.

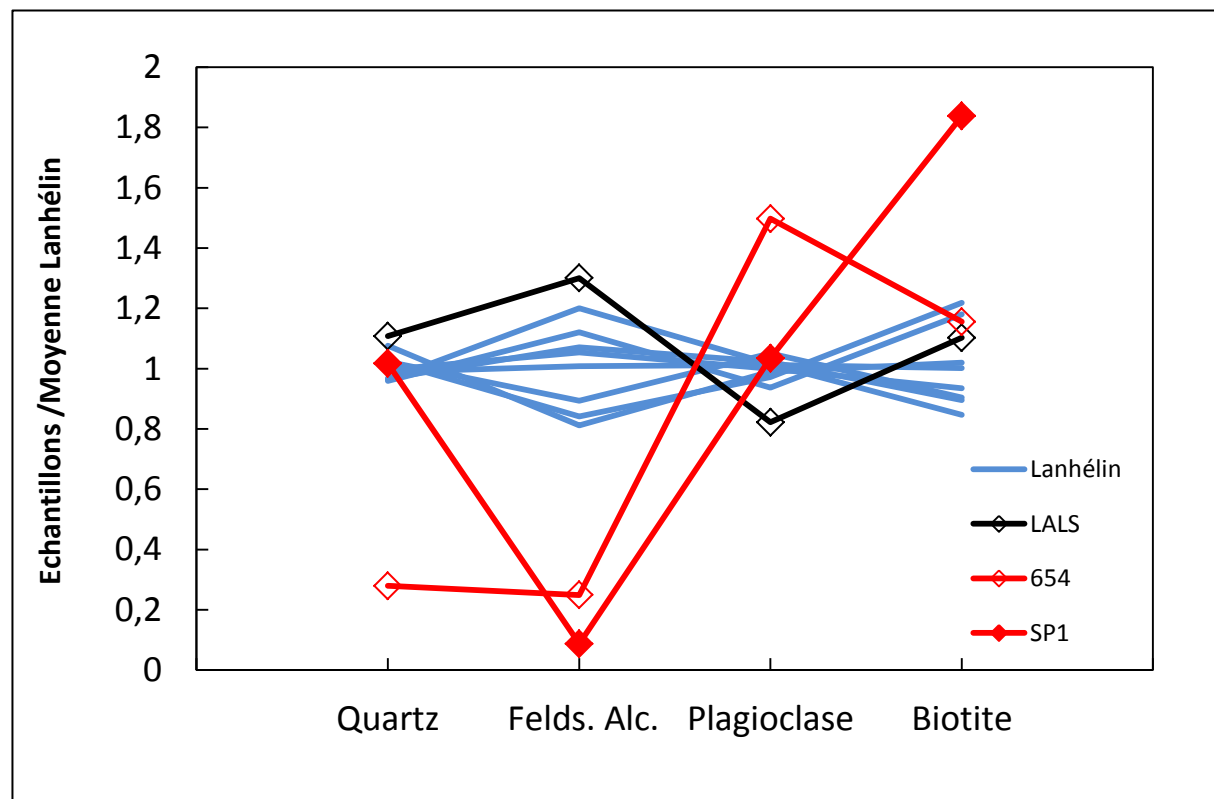


Fig. 78 : Spectres des compositions modales des échantillons de Lanhélin, l'échantillon erratique LALS, et des échantillons étrangers 654 et SP1 normalisés à la moyenne du granit bleu de Lanhélin.

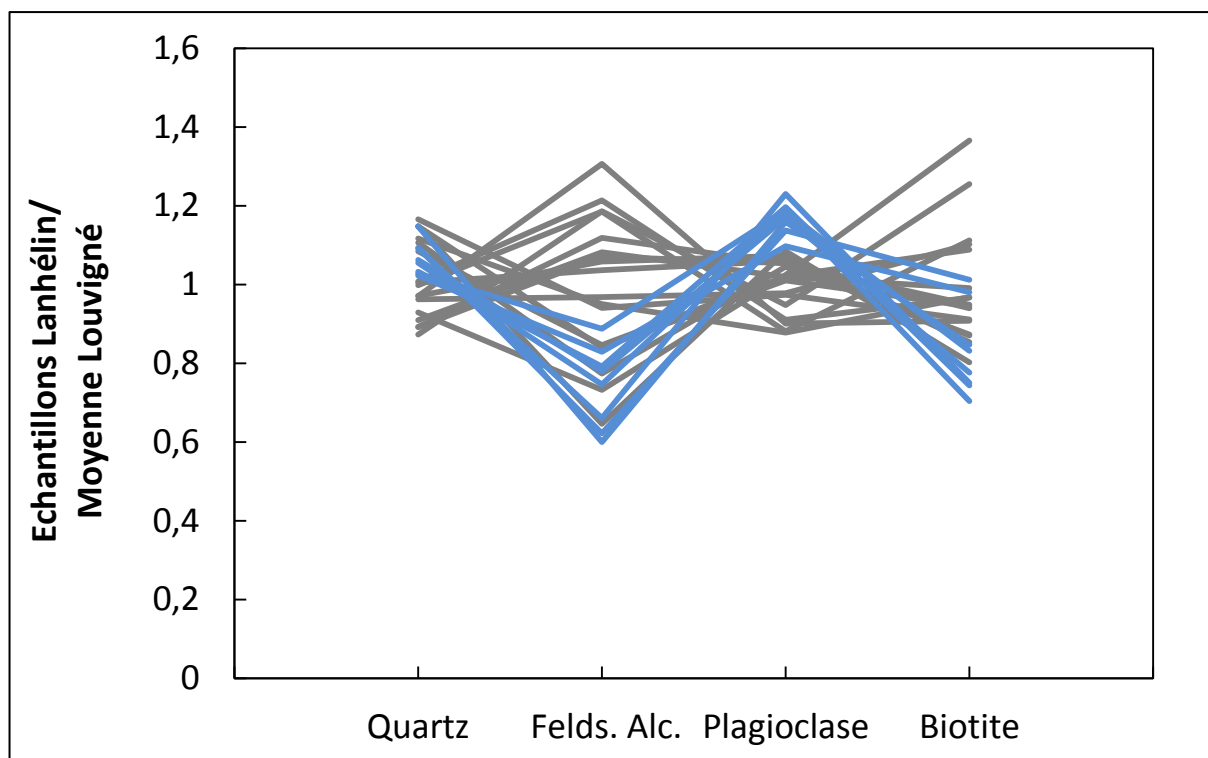


Fig. 79 : Spectres des compositions modales des échantillons de Lanhélin (bleus) et de Louvigné (gris) normalisés à la moyenne du granit gris bleu de Louvigné.

De plus, nous pouvons confirmer grâce aux comparaisons des spectres normalisés (Fig. 77, 78, 79) que : (1) certaines variables (biotite et feldspath alcalin) peuvent être différentes entre certains échantillons de Louvigné et de Lanhélin ; (2) une pierre de construction de Louvigné peut être significative plus pauvre en plagioclase que la plupart des échantillons de Lanhélin ; (3) les échantillons LOUV, LGOTBE, PLT et LALS possèdent les mêmes proportions minéralogiques que leurs populations de référence respectives, Louvigné et Lanhélin ; (4) l'échantillon PLT possède une teneur en plagioclase plus élevée (spectre noir avec un symbole jaune entouré de noir) et une teneur en feldspath alcalin plus faible que l'ensemble des échantillons de Louvigné et LOUV et LGOTBE ; (5) l'échantillon LALS est plus riche en feldspath alcalin et en quartz et plus pauvre en plagioclase que le granit bleu de Lanhélin ; (6) l'analyse modale ne permet pas toujours de distinguer deux granits issus du même batholithe, ni l'échantillon QE du granit gris bleu de Louvigné mais permet clairement la distinction de l'échantillon 654 du granit bleu de Lanhélin (e.g. allure du spectre rouge à losange vide clairement différente de l'allure des spectres bleus du granit bleu de Lanhélin).

La majorité des teneurs en éléments majeurs des échantillons de Lanhélin et de Louvigné sont bien en recouvrement total ou partiel (variables de cas C ou B, Fig. 10 ; SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO , CaO , Na_2O , K_2O et P_2O_5 ; Fig. 80). Le graphique de spectres normalisés confirme bien

que les variables TiO_2 et MgO sont significativement différentes entre ces deux populations de référence.

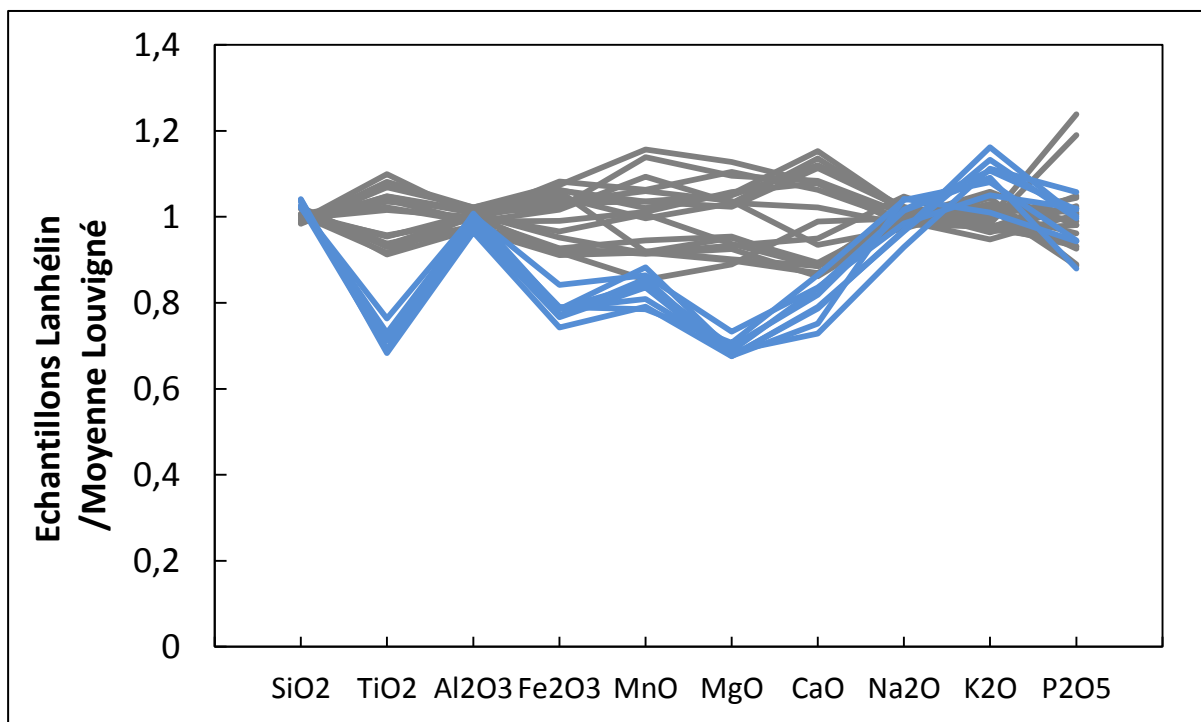


Fig. 80 : Spectres des compositions chimiques en éléments majeurs des échantillons de Lanhélin (bleus) et de Louvigné (gris) normalisés à la moyenne du granit gris bleu de Louvigné.

Les spectres des éléments majeurs normalisés (mêmes normalisations que pour les spectres précédents ; Fig. 81) montrent que les échantillons LOUV et LGOTBE présentent les mêmes caractéristiques géochimiques en éléments majeurs que le granit de Louvigné. De plus, l'échantillon PLT est visiblement plus riche en Fe_2O_3 et MgO que sa population de référence. Pour l'échantillon LALS, le spectre normalisé confirme bien qu'aucun élément majeur ne diffère entre cet échantillon et sa population de référence, Lanhélin (Fig. 82).

La géochimie en éléments majeurs des échantillons QE et Louvigné est bien clairement différente (Fig. 81) : l'échantillon QE est significativement plus pauvre en TiO_2 , Fe_2O_3 et MgO que tous les échantillons de Louvigné, et il est légèrement plus riche en Na_2O que certains échantillons de sa population de référence. Le spectre des compositions chimiques en éléments majeurs de l'échantillon 654 possède une allure complètement différente que ceux des échantillons de Lanhélin (Fig. 82).

Ceci confirme les conclusions de l'article. La géochimie en éléments majeurs se révèle pertinente pour distinguer : (1) des granits issus d'un même batholithe, (2) des granits proches mais de provenance différente. Les éléments majeurs permettent aussi de rapprocher des pierres de construction d'une population de référence déjà caractérisée. Savoir si ce seul

rapprochement est suffisant pour retrouver une provenance est suffisant reste à démontrer. Ce qui sur un ensemble de caractéristiques plus large laisse peu de doute.

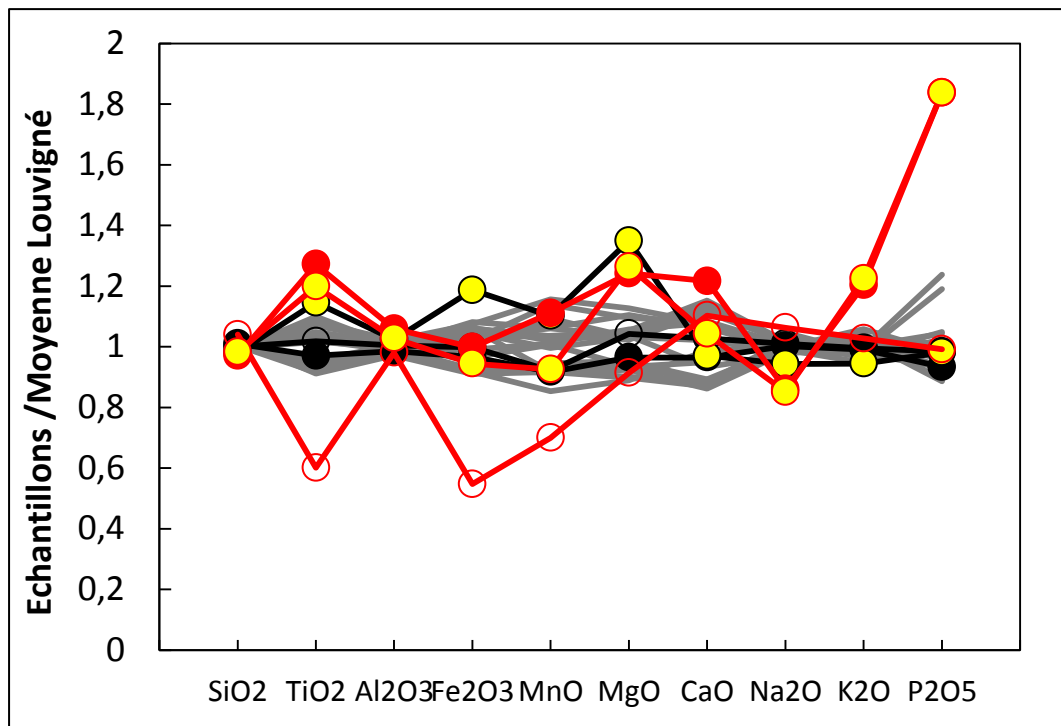


Fig. 81 : Spectres des compositions chimiques en éléments majeurs des échantillons de Louvigné, LOUV, LGOTBE, PLT, QE, A et B normalisés à la moyenne du granite gris bleu de Louvigné. Voir légende Figure 77.

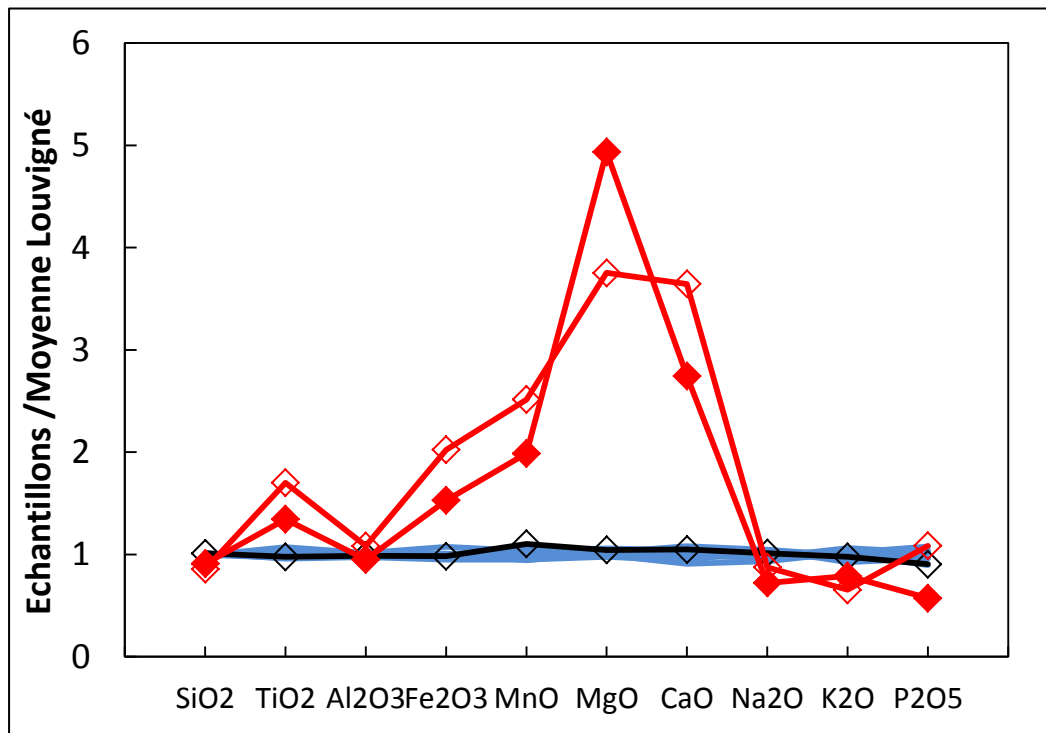


Fig. 82 : Spectres des compositions chimiques en éléments majeurs des échantillons de Lanhélin, LALS, 654 et SP1 normalisés à la moyenne du granite bleu de Lanhélin. Voir légende Figure 78.

De la même manière, les spectres des propriétés magnétiques normalisés (même normalisation que précédemment) appuient les résultats et les conclusions de l'article concernant les granits de Louvigné et de Lanhélin (Fig. 83, 84, 85). Aucune des valeurs des propriétés magnétiques ne semble distinguer les deux pierres de construction étudiées, Louvigné et Lanhélin. Toutes les propriétés magnétiques sont en recouvrement (cas C, Fig. 10, 83).

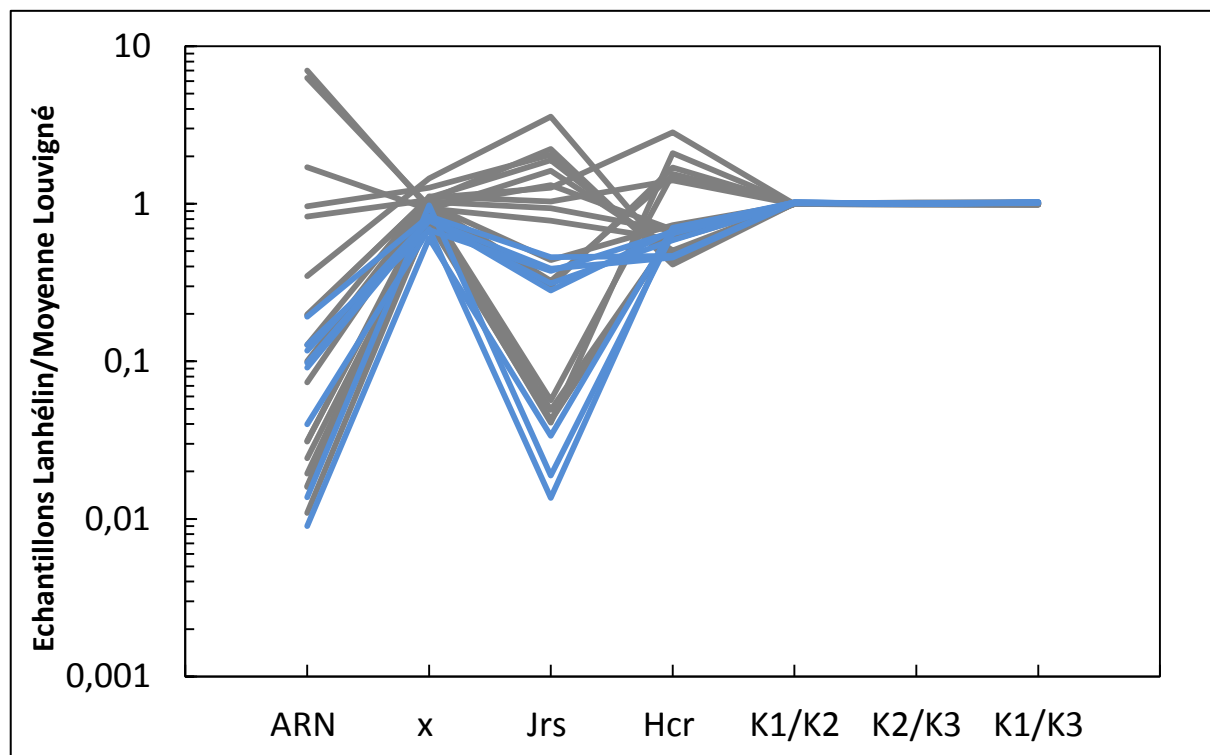


Fig. 83 : Spectres des propriétés magnétiques des échantillons de Lanhélin (bleus) et de Louvigné (gris) normalisés à la moyenne du granit gris bleu de Louvigné. Voir légende Figure 80.

Les caractéristiques magnétiques sont aussi les mêmes entre les échantillons LOUV, LGOTBE, PLT et LALS et leurs populations de référence respectives (Fig. 84, 85). Dans le détail, l'échantillon LALS possède une valeur en Hcr plus faible que tous les échantillons de Lanhélin.

L'échantillon QE est différent des échantillons de Louvigné par ses valeurs plus faibles en χ et en Jrs (Fig. 84). Au contraire, l'échantillon 654 est significativement distinct du granit bleu de Lanhélin par sa grande intensité d'ARN, ses valeurs plus élevées en χ et Jrs et sa valeur plus faible en Hcr (Fig. 85).

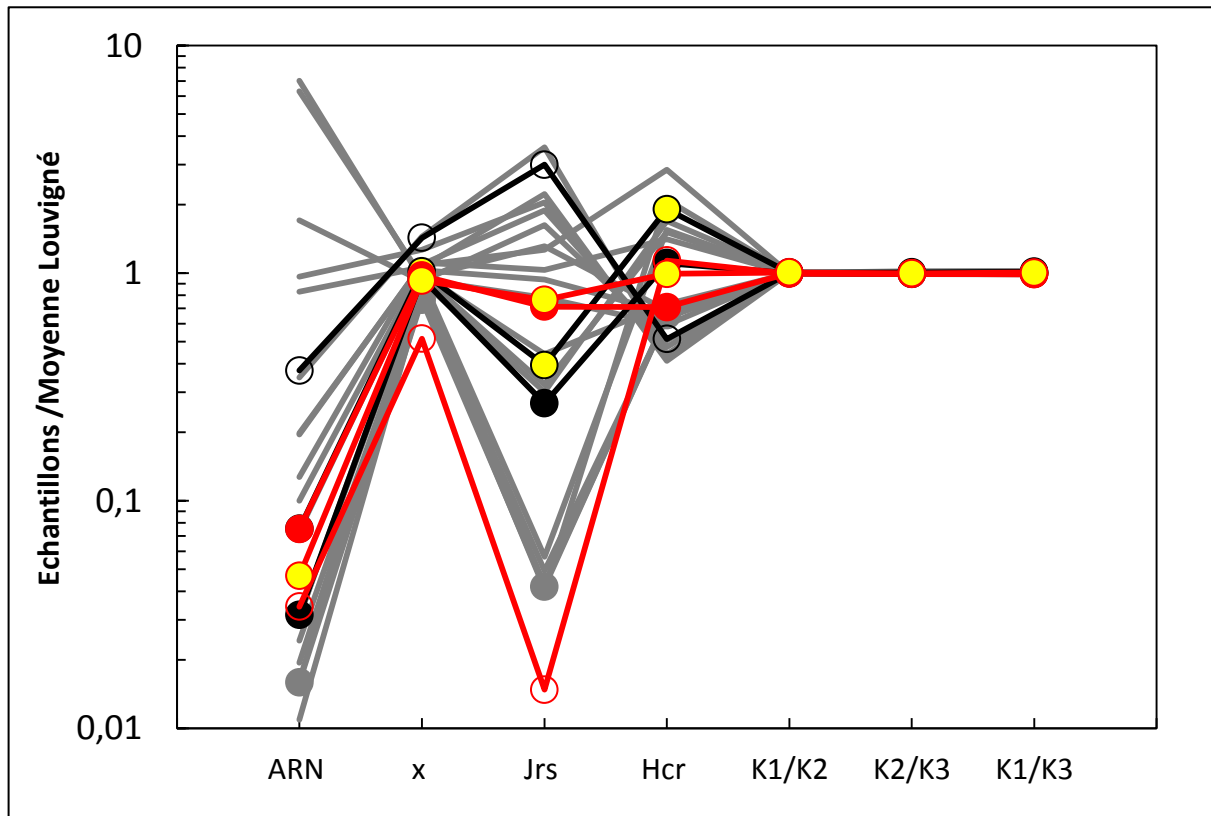


Fig. 84 : Spectres des propriétés magnétiques des échantillons de Louvigné, LOUV, LGOTBE, PLT, QE, A et B normalisés à la moyenne du granit gris bleu de Louvigné. Voir légende Figure 77.

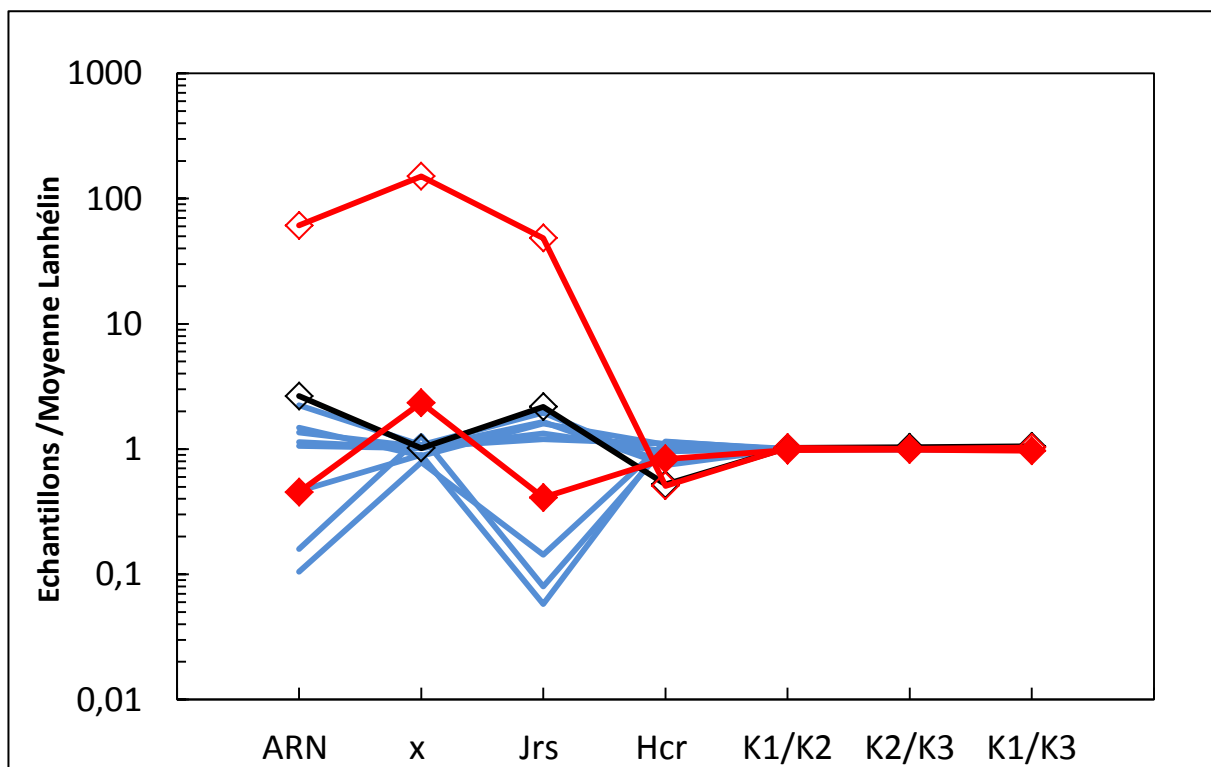


Fig. 85 : Spectres des propriétés magnétiques des échantillons de Lanhélin, LALS, 654 et SP1 normalisés à la moyenne du granit bleu de Lanhélin. Voir légende Figure 78.

Conclusions :

Le comportement des variables quantitatives au sein des granits gris bleu de Louvigné et bleu de Lanhélin est conforté par les spectres normalisés. Deux comportements de variables existent : (1) variables dont les gammes de variations sont plus petites que les incertitudes et (2) variables dont les gammes sont extrêmement grandes et dont les différences entre les valeurs extrêmes des gammes sont significatives.

Des différences au sein d'une carrière et à l'intérieur d'un groupe de plusieurs carrières de la même intrusion s'observent mais ne sont pas significatives en tenant compte des incertitudes. Il n'existe donc aucune spécificité au sein d'une carrière de Louvigné ou de Lanhélin. De plus, aucune carrière ne possède de signature spécifique et discriminante permettant une distinction de carrière au sein d'une même intrusion. Il n'est donc pas possible d'assigner le nom exact d'une carrière à un échantillon appartenant au granit de Louvigné ou à celui de Lanhélin.

Grâce à cet exemple de caractérisation du granit gris bleu de Louvigné et du granit bleu de Lanhélin, nous pouvons conclure que ces pierres de construction sont homogènes à l'échelle d'une carrière (entre les différents paliers d'une même carrière), à l'échelle de l'intrusion commercialisée (entre plusieurs carrières d'une même intrusion). Par contre, nos résultats démontrent qu'une distinction entre deux populations d'échantillons appartenant à deux intrusions différentes (Louvigné, Lanhélin) dans le même batholithe (la Mancellia) peut être faite (Fig. 86).

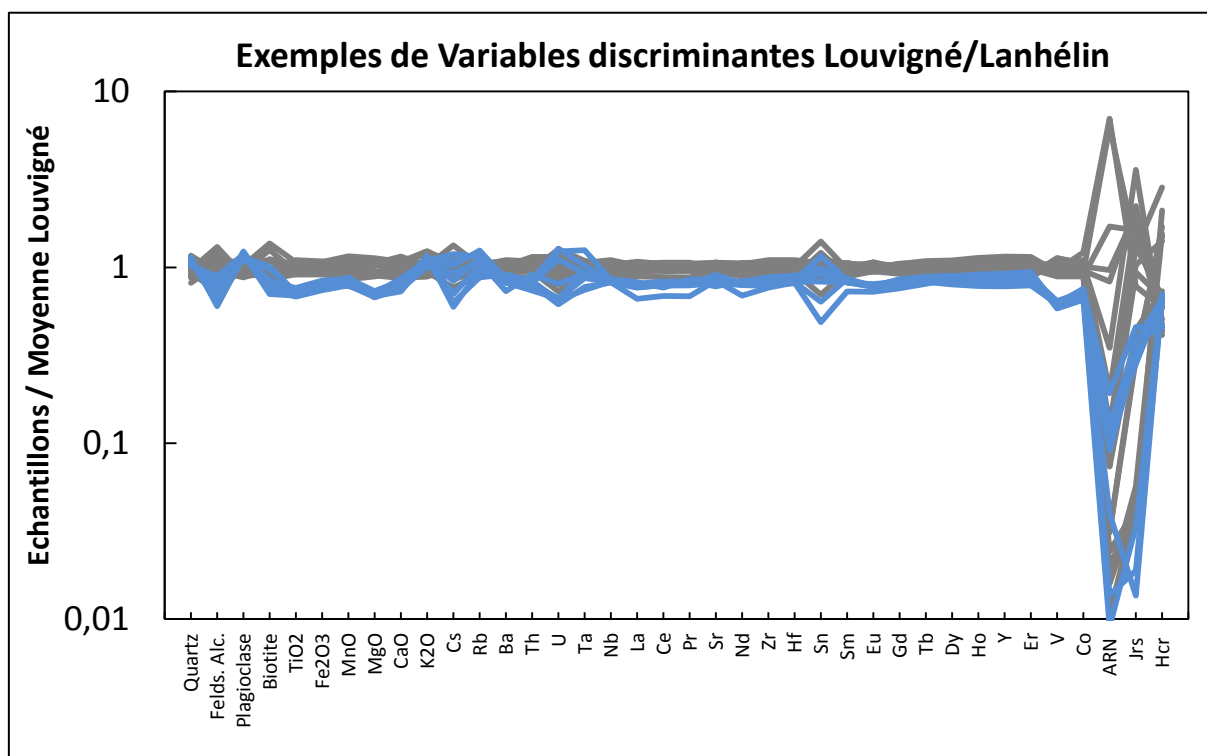


Fig. 86 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre les granits de Louvigné (en gris) et de Lanhélin (en bleu).

Grâce aux comparaisons des blocs erratiques LOUV, LGOTBE, PLT et LALS, nous pouvons conclure que les caractérisations des granits gris bleu de Louvigné et bleu de Lanhélin sont validées et possèdent des gammes de variations bien définies. Nous pouvons identifier des pierres de construction commercialisables (LOUV, LGOTBE et LALS) et retrouver la provenance de pierres de construction commercialisée (PLT).

De même les comparaisons des caractéristiques des pierres de construction française de référence, Louvigné et Lanhélin, avec celles de deux de leurs pierres d'origine étrangère, QE (Espagne) et 654 (Chine), respectivement, ont fait ressortir les traceurs discriminants entre ces pierres :

- Discrimination QE/Louvigné (Fig. 87)
 - traceurs minéralogiques (% biotite)
 - traceurs géochimiques (certains éléments majeurs, beaucoup d'éléments en traces)
 - traceurs magnétiques (χ , Jrs)

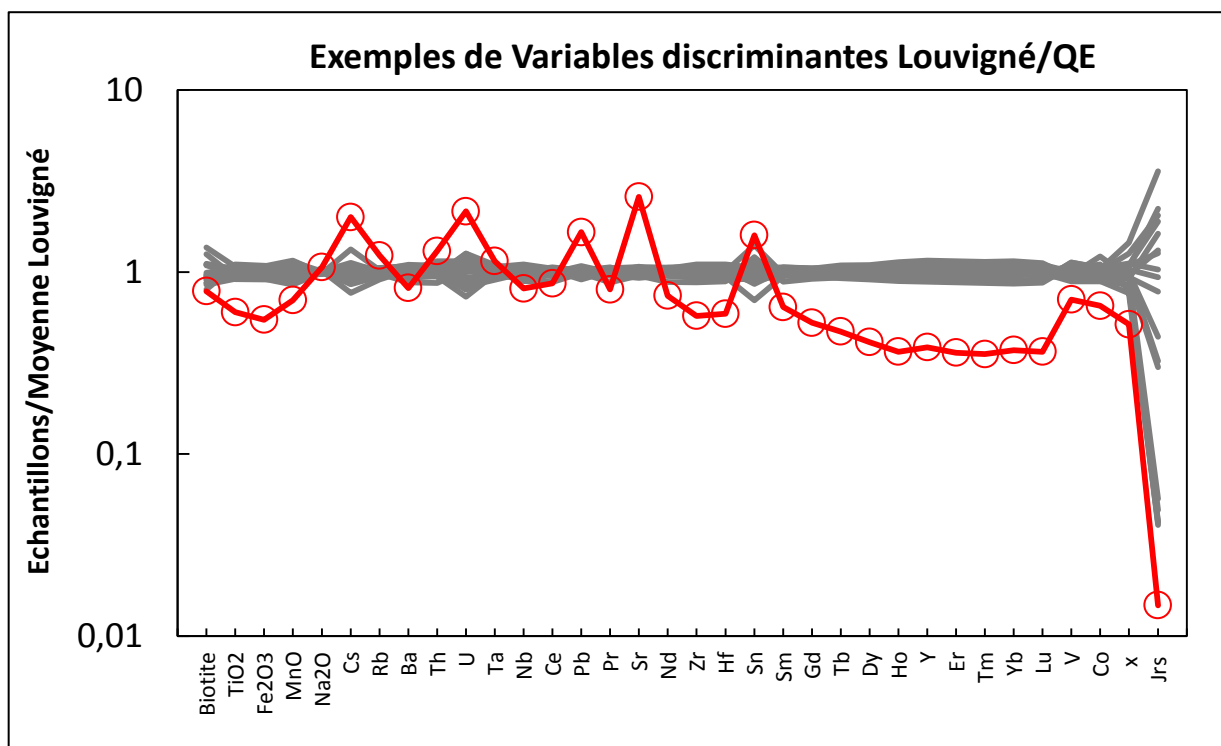


Fig. 87 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le granit de Louvigné (en gris) et son équivalent commercial QE (en rouge).

- Discrimination 654/Lanhélin (Fig. 88)
 - traceurs minéralogiques (nature du granit, % feldspath alcalin, plagioclase, quartz)
 - traceurs géochimiques (majorité des éléments majeurs et en traces)
 - traceurs magnétiques (tous les paramètres)

Dans le cas de comparaison QE/Louvigné, l'analyse modale n'est pas suffisante. Seules les caractéristiques géochimiques ou magnétiques se sont révélées pertinentes pour la discrimination de ces deux granits. Dans l'autre cas 654/Lanhélin, toutes les analyses (modales, géochimiques, magnétiques), utilisées seules, sont capables de discriminer ces deux roches.

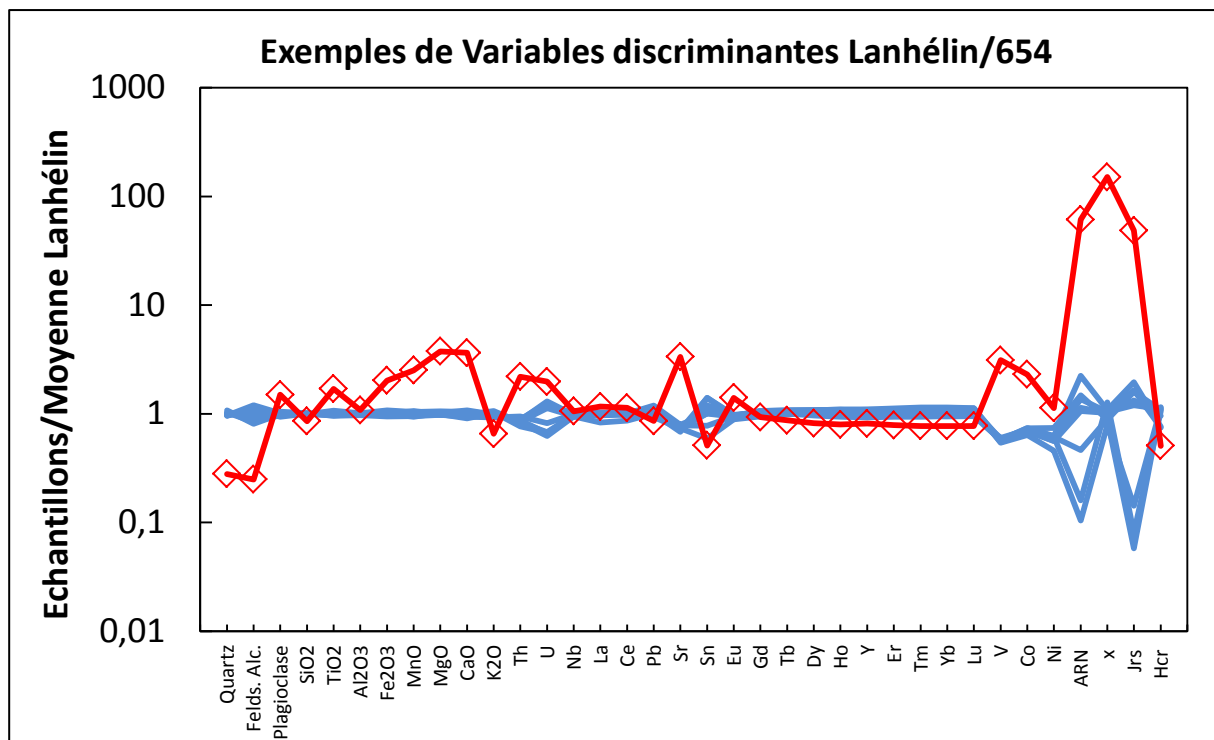


Fig. 88 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le granit de Lanhélin (en bleu) et son équivalent commercial 654 (en rouge).

4. Caractérisation et comparaison de deux autres analogues commerciaux étrangers A et B équivalent du granit gris bleu de Louvigné

4.1. Comparaisons pétrographiques

L'échantillon A est une roche gris-blanc, presque isogranulaire à grains moyens (2 à 3 mm). La composition minéralogique est classique pour une granodiorite (Fig. 74) : plagioclase (principalement oligoclase) zoné, quartz, feldspath alcalin (orthose perthitique) et biotite (Planche IX, Photos A et B). Des trains d'inclusion d'opakes sont observés dans les quartz (Planche IX, Photo C). Le plagioclase montre le plus souvent des sections rectangulaires d'une taille moyenne de 2 à 3 mm, atteignant rarement le centimètre. De plus, des petits cristaux de plagioclase se trouvent en inclusion dans les orthoses perthitiques, donc ces

dernières sont à tendance poecilitiques. Des bourgeons de myrmékite peuvent être fréquemment observés aux contacts des feldspaths (Planche IX, Photo A et E). La biotite est souvent subautomorphe, en lamelles brunes, pléochroïques d'environ 3 mm de longueur. Elle est riche en inclusions : apatite, zircon, minéraux opaques. Les minéraux accessoires sont apatite, zircon, muscovite et minéraux opaques (Planche IX, Photo D et F).

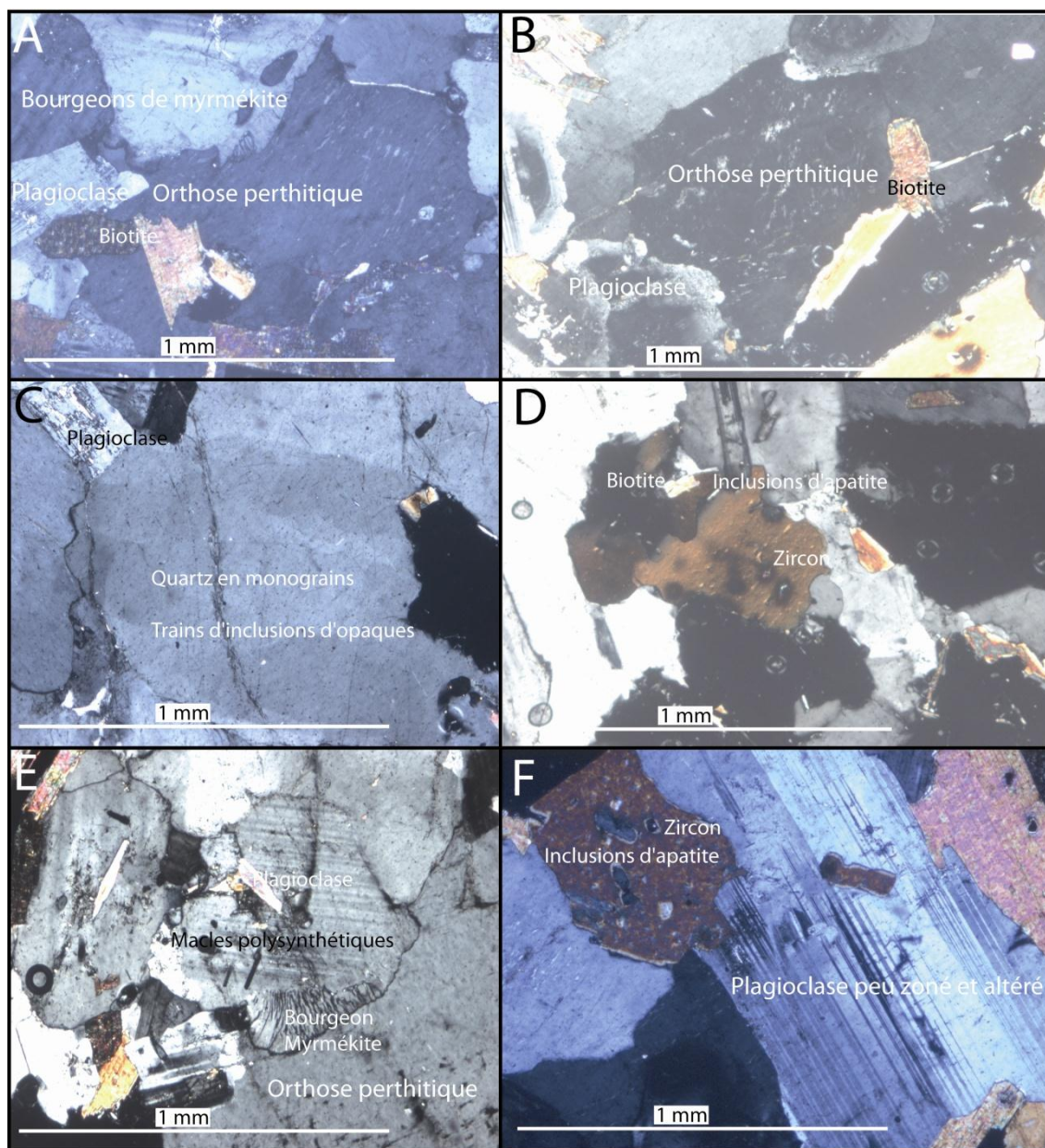


Planche IX : Photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur la lame mince de l'échantillon A. Légende: (A) orthose perthitique, plagioclase automorphe, faiblement zoné et altéré et présence de bourgeons de myrmékite (B) orthose perthitique, plagioclase et biotite, (C) quartz en monograins et présence de trains d'inclusions d'opaques, (D) inclusions de zircons, de minéraux opaques et d'apatite dans une biotite, (E) orthose perthitique, plagioclase automorphe, faiblement zoné et altéré et présence de bourgeons de myrmékite, et (F) inclusions de zircons et d'apatite dans une biotite.

L'échantillon B est une roche à grains moyens (2 mm à 3 mm) et de couleur gris bleu. Il est presque isogranulaire (Fig. 74). Au microscope, la composition minéralogique est classique pour une granodiorite : plagioclase (principalement oligoclase) zoné et altéré, quartz, feldspath alcalin (microcline perthitique) et biotite avec inclusions de zircons et d'apatites parfois aciculaires et de peu de minéraux opaques (Planche X, Photos A, B, C, D, E et F). Le quartz est xénomorphe. Il se compose de grosses plages de monograins ou de plusieurs sous-grains. Le microcline perthitique est automorphe à subautomorphe. Le plagioclase est automorphe (Planche X, Photos C et E). Ses macles polysynthétiques sont observables. Les bourgeons de myrmékitite sont peu présents dans la lame mince (Planche X, Photo D). La biotite est subautomorphe. Elle est de couleur verdâtre (riche en fer). Elle présente des inclusions de zircons, de minéraux opaques et d'apatite (Planche X, Photo F). La hornblende verte est présente en quantités élevées (Planche X, Photos A, B). Les minéraux accessoires (apatite, mica blanc, opaques et zircons) sont peu nombreux. Nous pouvons noter la présence d'épidotes comme minéraux d'altération.

Les compositions minéralogiques des échantillons A et B attestent du mode granodioritique, r étant égal à 67,7 et 71,9, respectivement (Fig. 89). Les proportions minéralogiques sont présentées dans l'Annexe AI-15. L'échantillon A est caractérisé : quartz = 31,6 vol.%, feldspath alcalin = 16,4 vol.%, feldspath plagioclase = 34,5 vol.%, biotite = 17,2 vol.% et accessoires = 0,3 vol.%. L'échantillon B se caractérise par quartz = 18,9 vol.%, feldspath alcalin = 13,3 vol.%, feldspath plagioclase = 34,1 vol.%, biotite = 18,8 vol.%, hornblende verts = 14,5 vol.% et accessoires = 0,4 vol.%.

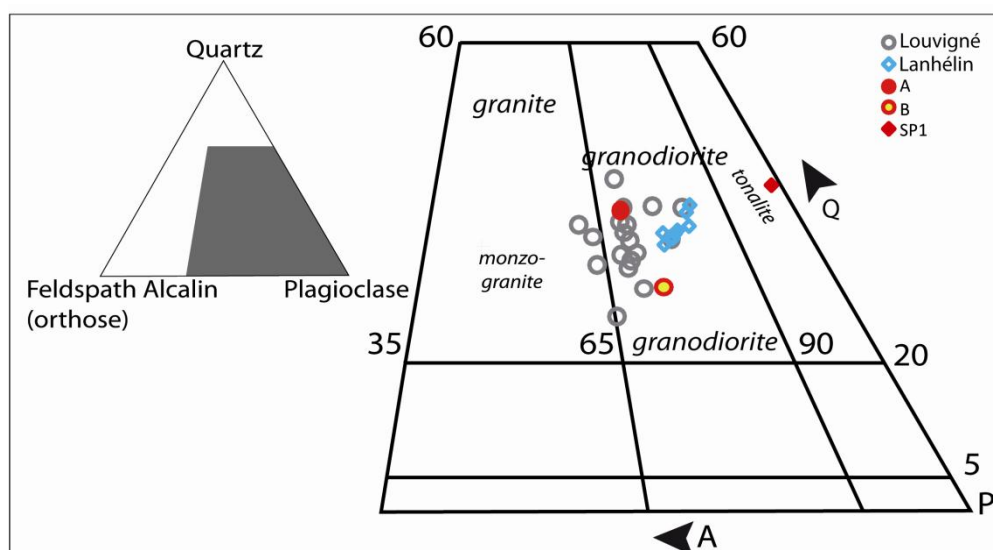


Fig. 89 : Diagramme de Streickeisen (1974). Les granits de Louvigné et de Lanhélin sont des granodiorites, ainsi que les analogues commerciaux A et B de Louvigné. L'analogue commercial étranger SP1 est une tonalite.

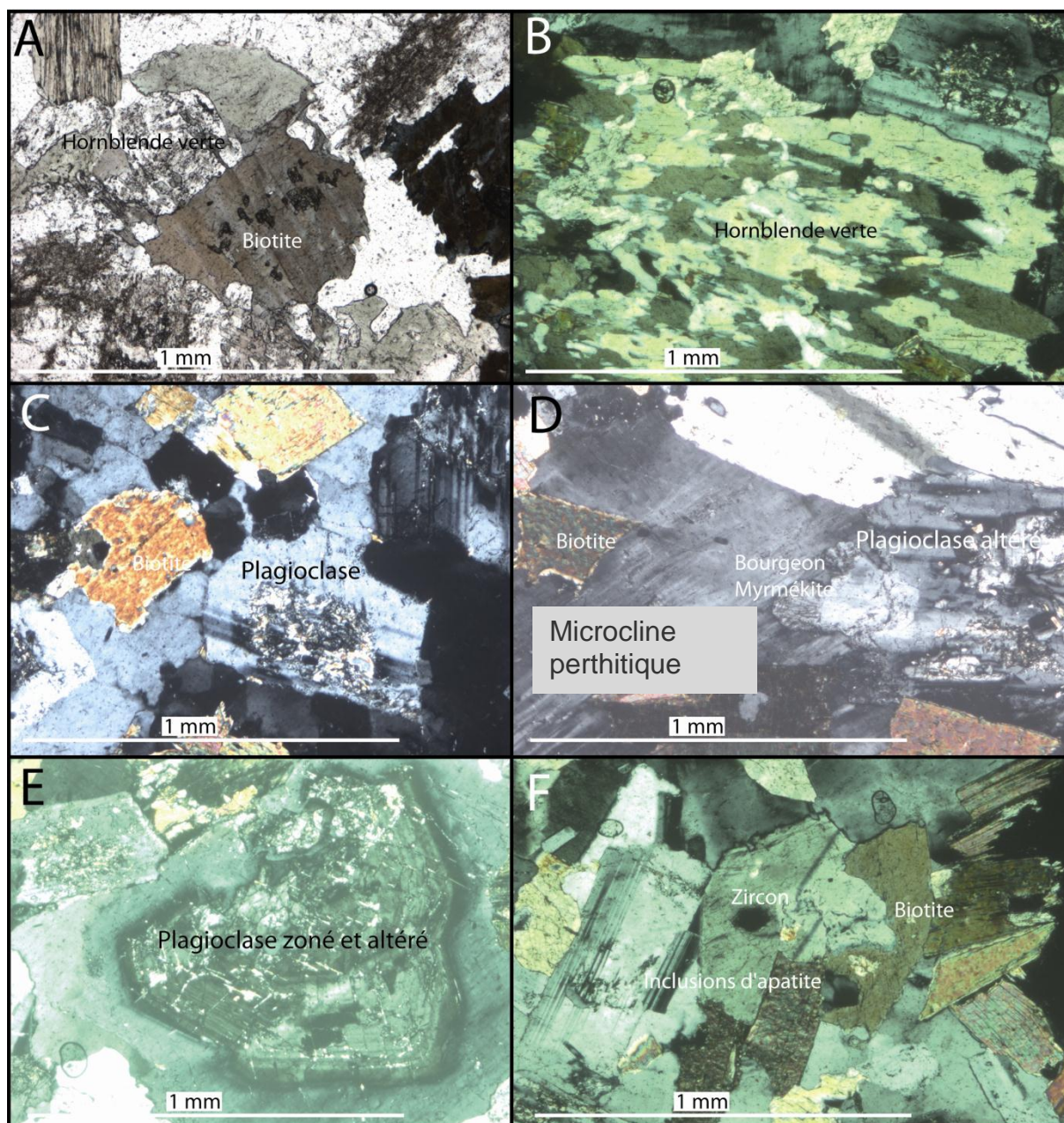


Planche X : Photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur la lame mince de l'échantillon B. Légende: (A) Hornblende verte et biotite en LPNA, (B) Hornblende verte en LPA, (C) plagioclase altéré et biotite, (D) microcline perthitique, plagioclase automorphe, zoné et altéré et présence de bourgeons de myrmékite, (E) plagioclase zoné et altéré, et (F) inclusions de zircons et d'apatite dans une biotite.

Qualitativement, ces échantillons possèdent les mêmes caractéristiques macroscopiques (couleur, taille de grain) et microscopiques (mêmes natures de minéraux) que les échantillons du granit gris bleu de Louvigné. Cependant, en tenant compte des incertitudes (Annexe AI-9), l'échantillon A est significativement plus riche en quartz (31,6 vol.%), feldspath alcalin (16,4 vol.%) et plagioclase (34,5 vol.%) que certains échantillons de Louvigné (jusqu'à 24,1 ; 11,2 et 31,8 vol.%, respectivement, Fig. 77, Annexe AI-15). Les proportions de ces trois minéraux

des autres échantillons de Louvigné (~ 33,9 ; 22,7 et 39,3 vol.%, respectivement) est voisine, voire les mêmes que celles de l'échantillon A (variables de cas B, Fig. 10). Concernant l'échantillon B, il est significativement différent de tous les échantillons de Louvigné par la présence de hornblende verte. De plus, il est significativement plus pauvre en quartz (18,9 vol.%) que la majorité des échantillons de Louvigné (jusqu'à 33,9 vol.%), et significativement plus pauvre en feldspath alcalin (13,3 vol.%) et plus riche en biotite (18,8 vol.%) que la plupart des échantillons de sa population de référence (jusqu'à 22,7 vol.% et 11,6 vol.%, respectivement). Les échantillons A et B sont différents de certains échantillons de leur population de référence, Louvigné, sur la base de l'analyse modale.

4.2. Comparaisons géochimiques

Les échantillons A et B correspondent à des roches sub-alkalines, alcali-calcique (Annexe AII-45). Ils montrent des caractères shoshonitiques et peralumineux. Ils font partie des champs des associations ferrières (pour l'échantillon A) et magnésienne (échantillon B ; Fig. 90). Cependant l'échantillon A est magnésien au sens de Frost et al. (2001) et Frost et Frost (2008) (Annexe AII-45). En tenant compte des erreurs (Annexe AII-21), les teneurs en Fe_2O_3 , et MnO , sont similaires pour les deux analogues commerciaux (Louvigné et A ; Fig. 81). Pour l'échantillon B, les teneurs en SiO_2 , Fe_2O_3 , CaO et MnO , sont similaires avec les échantillons de Louvigné (Fig. 81). L'échantillon A est significativement plus riche en TiO_2 (0,88 wt.%) que tous les échantillons de Louvigné (Cas A, Fig. 10 ; 0,63-0,76 wt.% ; Annexe AII-26, Fig. 81, 90). Pour les autres éléments majeurs (SiO_2 , Al_2O_3 , MgO , CaO , Na_2O , K_2O et en P_2O_5), cet échantillon peut être significativement différent de certains échantillons de Louvigné (Annexe AII-26, Fig. 81, 90). Par exemple, il est plus pauvre en SiO_2 (65,3 wt.%) que les échantillons de Louvigné possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation en SiO_2 (~ 68,8 wt.%). Similairement, l'échantillon B peut être significativement différent de certains échantillons de Louvigné en TiO_2 , MgO , Na_2O , Al_2O_3 , K_2O et en P_2O_5 (cas B, Fig. 10 ; Annexe AII-26, Fig. 81, 90).

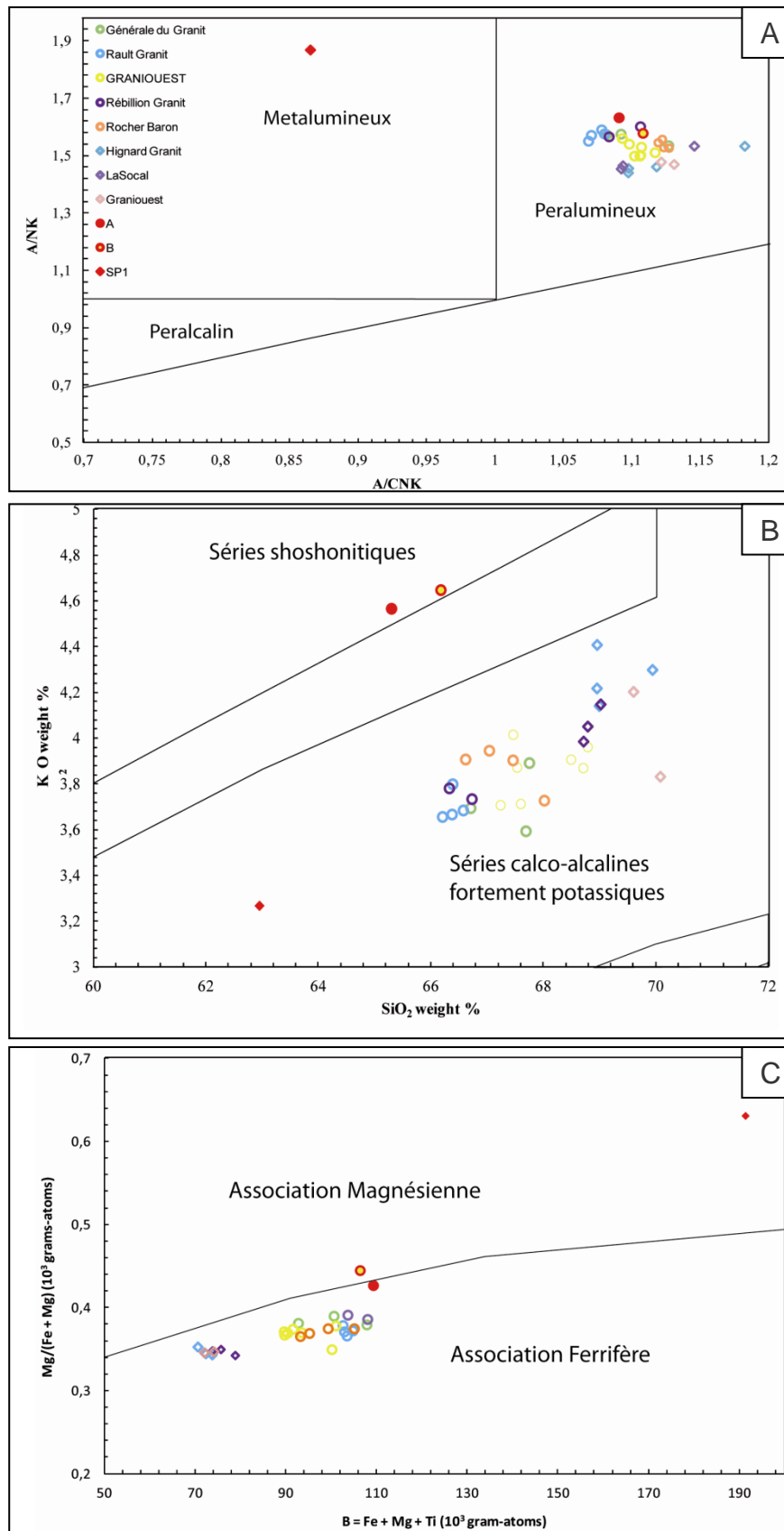


Fig. 90 : Caractéristiques chimiques en roche totale des granits de Louvigné et de Lanhélin et de A, B et SP1 : (A) Affinité peralumineuse à métalumineuse (Maniar et Piccoli, 1989), (B) Tous les échantillons sont calco-alcalins fortement potassique excepté A et B, shoshonitiques (Peccerillo et Taylor, 1976 ; Rickwood, 1989) et (C) Limite des associations ferrifère et magnésienne pour tous les échantillons (Debon et Lefort, 1988).

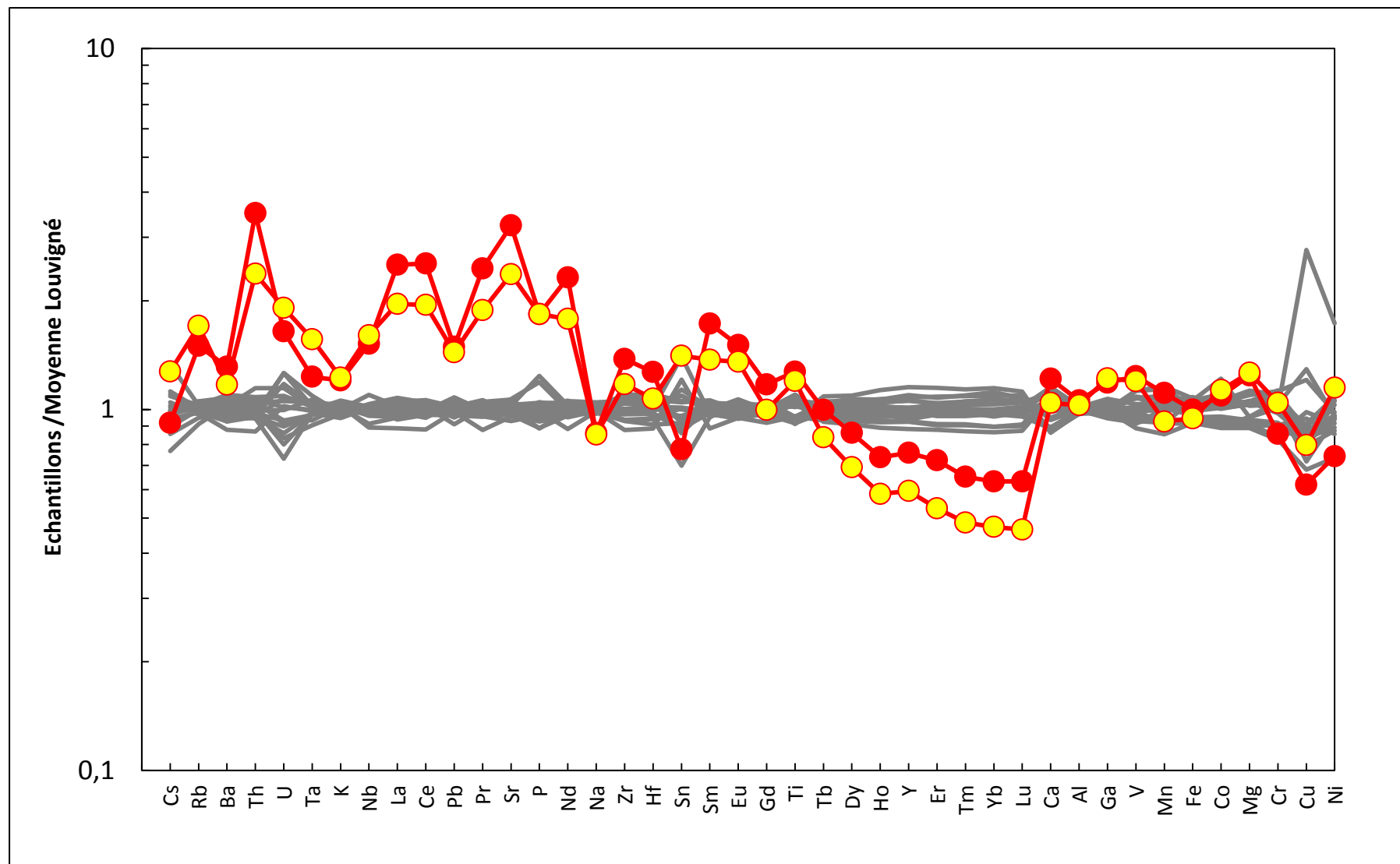


Fig. 91 : Spectres multi-élémentaires des compositions des échantillons de Louvigné, A et B normalisés à la moyenne du granit gris bleu de Louvigné. Voir légende Figure 77.

Ces échantillons A et B possèdent des valeurs significativement plus élevées en Terres Rares légères que celles de Louvigné (Fig. 91, 92). Leurs spectres des Terres Rares montrent une anomalie négative moins marquée en Eu. Elles apparaissent significativement plus appauvries en Terres Rares lourdes que celles des échantillons de Louvigné (Fig. 91, 92).

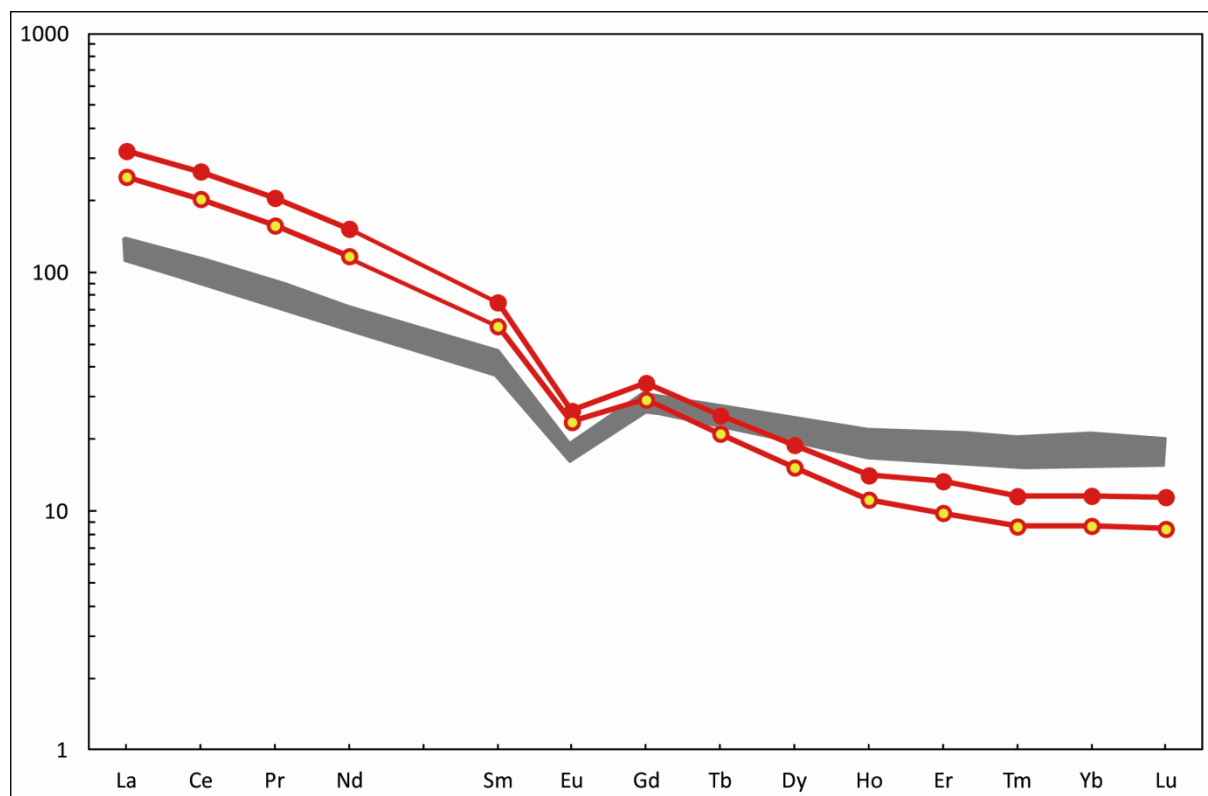


Fig. 92 : Courbes des Terres Rares normalisées aux Chondrites pour les échantillons de Louvigné (ensemble gris), pour les échantillons A et B (ronds et trait rouges). Valeurs de normalisation d'Evensen et al. (1978). Voir légende Figure 77.

Beaucoup d'éléments chimiques des échantillons A et B ont des teneurs en recouvrement avec celles des échantillons de Louvigné (A = Cs, Sn, Tb, V, Mn, Fe, et Ni ; B = Gd, Ca, Al, Mn, Fe ; Annexe AII-32, Fig. 91). Ce sont des variables non discriminantes. Quelques éléments traces de ces mêmes échantillons peuvent être significativement différents de certains échantillons de Louvigné possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation (e.g. A = Dy ; B = Tb, Annexe AII-32, Fig. 91) ou de l'extrémité minimale de la gamme de variation de Ba, V, K, Mg, Cr, Ni et Ga pour A et de Cs, Ba, Na, Ga, Mg, Tb, Zr, Sn, Ti, Hf, V, Co, Cr et Ni pour B (Annexe AII-32, Fig. 91). Ces variables sont discriminantes partiellement de cas B (Fig. 10). Les autres teneurs en éléments traces diffèrent significativement de celles des échantillons de Louvigné. Par exemple, l'échantillon A est plus riche en Rb, Ba, Th, U, Ta, Nb, La, Ce, Pb, Pr, Sr, Nd, Zr, Hf, Sm, Eu, Gd, Ti, et est plus

pauvre en Sn, Ho, Y, Er, Tm, Yb, Lu (Annexe AII-32, Fig. 91). Les teneurs en Rb, Th, U, Ta, Nb, La, Ce, Pb, Pr, Sr, Nd, Sm, Eu, Dy, Ho, Y, Er, Tm, Yb, Lu sont significativement différentes entre l'échantillon B et les échantillons de Louvigné. Les valeurs en isotopes Sr et Nd des échantillons A et B sont plus faibles (0,714372 et 0,718891 et 0,512093 et 0,512121, respectivement ; Fig. 93) que tous les échantillons de Louvigné (0,72989-0,73464 et 0,51214-0,51219 ; Fig. 93).

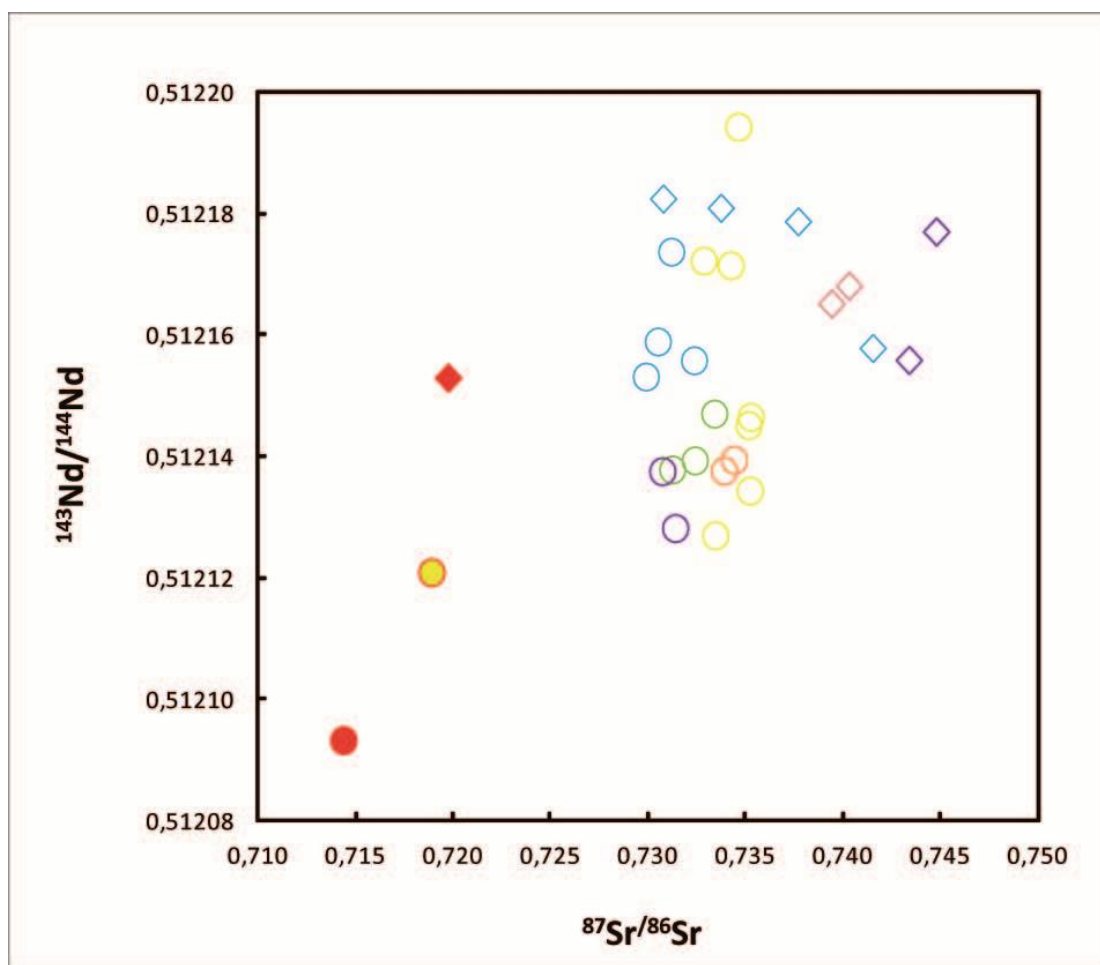


Fig. 93 : $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ et $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ pour les échantillons de Louvigné et de Lanhélin, A, B et SP1. Voir légende Figures 89 et 90.

4.3. Comparaisons magnétiques

Les échantillons A et B possèdent des valeurs plus faibles d'ARN ($3,7 \cdot 10^{-3}$ et $2,1 \cdot 10^{-3}$ A/m, respectivement) et plus élevées de χ ($21,9 \cdot 10^{-5}$ et $20,8 \cdot 10^{-5}$ SI, respectivement) que celles observées dans certains échantillons de Louvigné ($9,22 \cdot 10^{-4}$ – $1,55 \cdot 10^{-1}$ A/m et $17,1 \cdot 10^{-5}$ – $32,4 \cdot 10^{-5}$ SI, respectivement ; Fig. 84 ; Annexe AIII-51). De plus, ces deux échantillons ont aussi des valeurs de J_{rs} plus élevées (2,88 et 3,13 A/m, respectivement ; Annexe AIII-51 ;

Fig. 84) et de Hcr plus faibles (35,1 et 49,2 mT) que celles observées dans certains échantillons de Louvigné ($1,68 \cdot 10^{-1}$ -14,7 A/m et 20,4-103,0 mT, respectivement). Enfin, ces échantillons présentent la même anisotropie magnétique à tendance « ellipsoïde aplati » (1,00-1,02 pour K_1/K_2 ; 1,00-1,01 pour K_2/K_3 et 1,01-1,03 pour K_1/K_3 ; Annexe AIII-51) que les échantillons de Louvigné.

Conclusions :

Grâce à la comparaison des caractéristiques de la pierre de construction française de référence, Louvigné, avec celles de la pierre d'origine étrangère, A, nous avons fait ressortir les traceurs pour la discrimination de ces deux pierres (Fig. 94) :

- traceurs minéralogiques (% quartz, feldspath alcalin et plagioclase)
- traceurs géochimiques (certains éléments majeurs, beaucoup d'éléments en traces, isotopes Sr et Nd)
- traceurs magnétiques (ARN, χ , Jrs, Hcr)

Dans ce cas de comparaison, l'analyse modale utilisée seule n'est pas systématiquement suffisante pour discriminer les deux pierres de construction. Au contraire, les méthodes géochimiques et/ou magnétiques, utilisées seules, apparaissent discriminantes. Dans le cas d'une problématique A/Louvigné, ces traceurs seront suffisants.

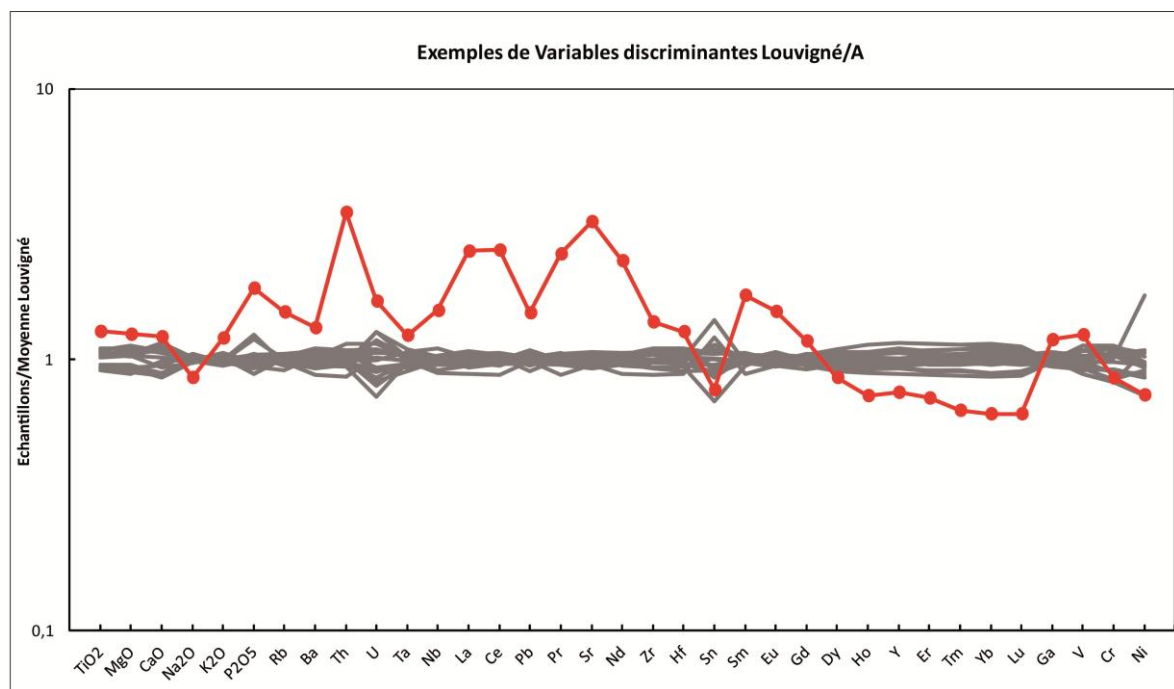


Fig. 94 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le granit de Louvigné (en gris) et l'échantillon A (rouge).

La comparaison des caractéristiques de la pierre de construction française de référence, Louvigné, avec celles de la pierre d'origine étrangère, B, identifie les traceurs utiles pour la discrimination de ces deux pierres (Fig. 95) :

- traceurs minéralogiques (% quartz, feldspath alcalin et biotite, présence de hornblende verte)
- traceurs géochimiques (certains éléments majeurs, beaucoup d'éléments en traces, isotopes Sr et Nd)
- traceurs magnétiques (ARN, χ , Jrs, Hcr)

Dans ce cas de comparaison, toutes les méthodes, utilisées seules, apparaissent discriminantes pour différencier une pierre de construction française à partir d'un de ses analogues commerciaux étrangers. Faire la différence entre une pierre de construction de type granit gris bleu, et une pierre d'origine étrangère B, est possible.

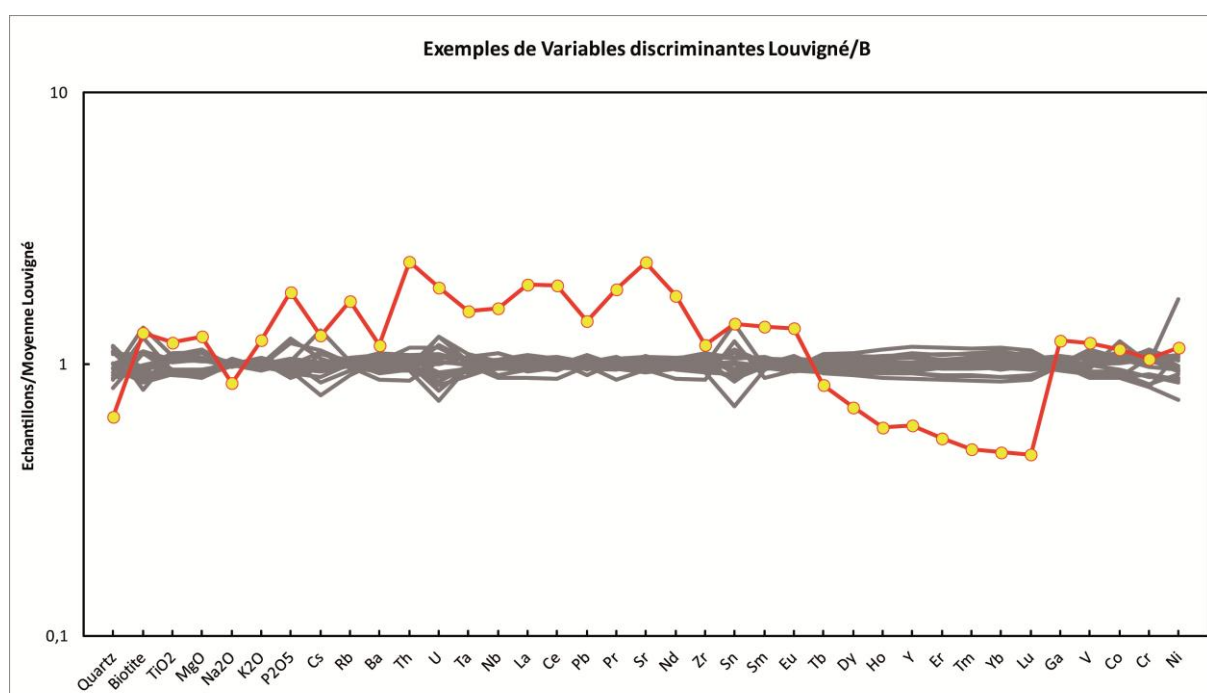


Fig. 95 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le granit de Louvigné (en gris) et l'échantillon B (rouge).

5. Caractérisation et comparaison du granit commercial étranger SP1 équivalent du granit bleu de Lanhélin

5.1. Comparaison pétrographique

L'échantillon SP1 est une roche à texture porphyrique avec mésostase microgrenue de couleur gris bleu (Fig. 74). Au microscope, la composition minéralogique est classique pour une roche granitique : plagioclase peu zoné et très altéré (principalement oligoclase pour les phénocristaux), quartz, feldspath alcalin (microcline perthitique) et biotite avec inclusions de zircons et d'apatites (Planche XI, Photos A, B, C et D). Les phénocristaux sont

principalement plagioclase, biotite et quartz et parfois muscovite. Les bourgeons de myrmékite ne sont pas présents dans la lame mince. La muscovite est présente en amas glomérophyriques.

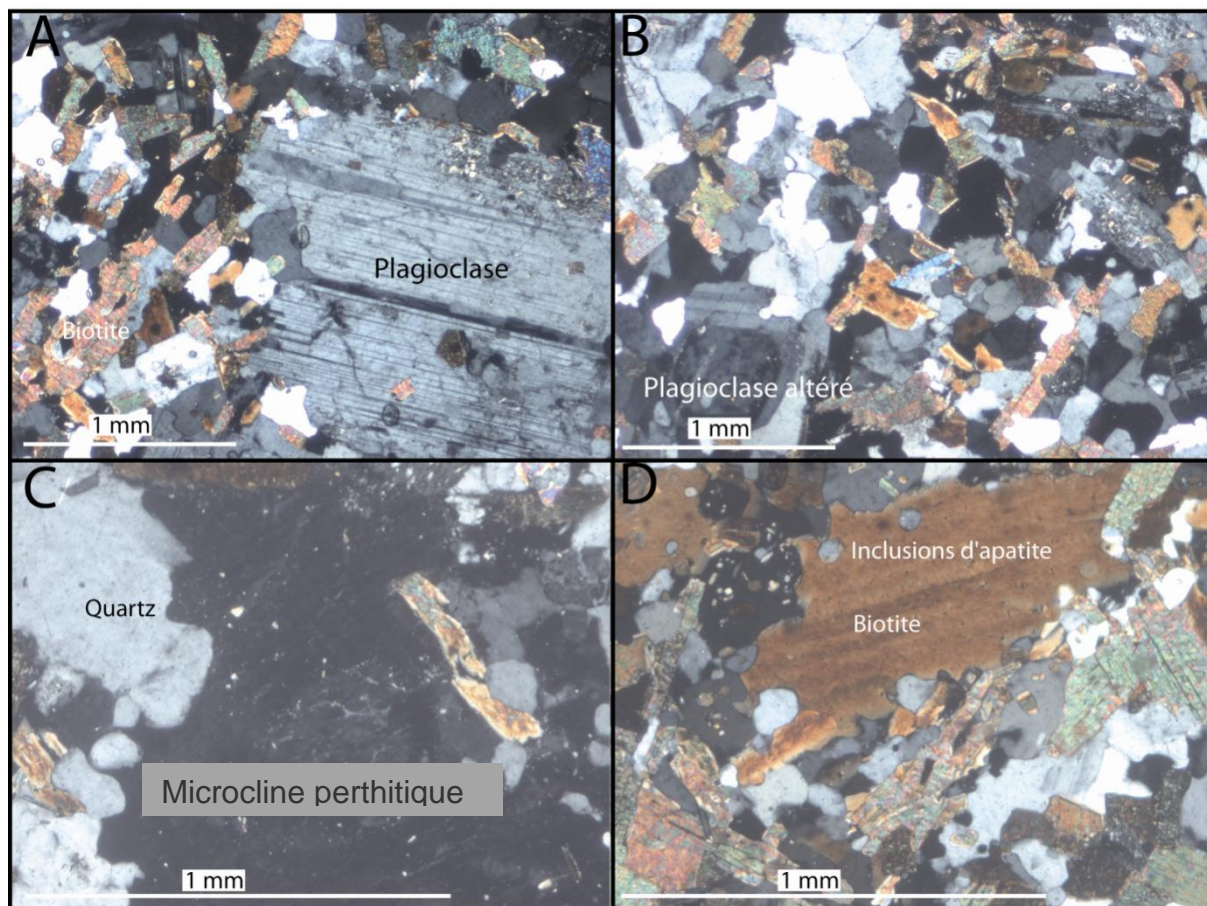


Planche XI : Photographies des caractéristiques minéralogiques observées sur la lame mince de l'échantillon SP1. Légende: (A et B) Roche hétérogranulaire (plagioclase de 2-3 mm et quartz, biotite, orthose inférieurs au mm), (C) orthose perthitique, plagioclase automorphe, zoné et altéré et quartz, (D) inclusions d'apatite dans une biotite.

La composition minéralogique de l'échantillon SP1 atteste d'un mode tonalitique, r étant égal à 96,9 (Fig. 89). Les proportions minéralogiques sont présentées dans l'Annexe AI-15. Elle est caractérisée par des valeurs égales à: quartz = 32,1 vol%, feldspath alcalin = 1,1 vol%, feldspath plagioclase = 43,8 vol%, biotite = 22,0 vol% et minéraux accessoires = 1,0 vol%.

Macroscopiquement, cet échantillon est significativement différent des échantillons de Lanhélin du fait de sa texture porphyrique avec mésostase microgrenue de couleur gris bleu. Cependant, il possède les mêmes caractéristiques microscopiques (même minéraux) que les échantillons du granit bleu de Lanhélin. Corrélativement, il peut être distingué de sa population de référence (Lanhélin) par sa nature (tonalitique pour SP1 et granodioritique pour

Lanhélin). De plus, en tenant compte des incertitudes (Annexe AI-9), il est significativement plus pauvre en feldspath alcalin (1,1 vol%) et plus riche en biotite (22,0 vol.%) que tous les échantillons de Lanhélin (10,4-15,4 vol.% et 10,2-14,6 vol.%, respectivement, Fig. 78, Annexe AI-15). Ces deux variables sont discriminantes totalement entre les pierres analogues. Lorsque l'on considère les incertitudes, les proportions de quartz et de plagioclase des échantillons de Lanhélin (~ 31,5 vol.% et 42,5 vol.%, respectivement) sont voisines/voire les mêmes que celles de l'échantillon SP1 (32,1 et 43,8 vol.%. Ces deux pierres ne peuvent être distinguables sur la base des teneurs en quartz et plagioclase.

5.2. Comparaison géochimique

L'échantillon SP1 correspond à une roche sub-alkaline, calco-alkaline (Annexe AII-45). Il possède des caractères fortement potassique, métalumineux, et il se situe dans le champ d'une association magnésienne (Fig. 90 ; Annexe AII-45).

En tenant compte des erreurs (Annexe AII-21), la teneur en MnO de l'échantillon SP1 est similaire avec les échantillons de Lanhélin (Fig. 82). L'échantillon SP1 est significativement plus riche en TiO₂, Fe₂O₃, MgO et CaO et plus pauvre en SiO₂ et P₂O₅ que les échantillons de Lanhélin (cas A, Fig. 10 ; Annexe AII-26, Fig. 82). Pour les autres éléments majeurs (Al₂O₃, Na₂O et K₂O), cet échantillon peut être significativement différent de certains échantillons de Lanhélin (Annexe AII-26, Fig. 82). Par exemple, il est plus pauvre en Al₂O₃ (14,25 wt.%) que les échantillons de Lanhélin possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation en Al₂O₃ (~ 15,29 wt.%). Ces différences sont en accord avec les différences minéralogiques.

Cet échantillon SP1 possède des teneurs similaires en Terres Rares légères que celles de Lanhélin (Fig. 96, 97). Le spectre des Terres Rares montre une anomalie négative moins marquée en Eu. Il apparaît légèrement plus appauvri en Terres Rares lourdes que celles des échantillons de Lanhélin (Fig. 96, 97). Quelques éléments de l'échantillon SP1 ont des teneurs en recouvrement avec celles des échantillons de Lanhélin (Annexe AII-32, Fig. 97). La majorité des éléments en traces de cet échantillon ont des teneurs significativement différentes de certains échantillons de Lanhélin possédant une valeur proche de l'extrémité maximale de la gamme de variation (Cs, Rb, Ba, Ce, Pb, Pr, Nd, Zr, Hf, Sn, Sm, Gd, Tb, Dy, Ho, Y, Er, Tm, Yb, Lu et Ga ; Annexe AII-32, Fig. 97) ou de l'extrémité minimale de la gamme de

variation de Nb et Sr (Annexe AII-32, Fig. 97). Les autres éléments traces ont des teneurs qui diffèrent significativement de celles des échantillons de Lanhélin (V, Co, Cr et Ni ; Annexe AII-32, Fig. 97).

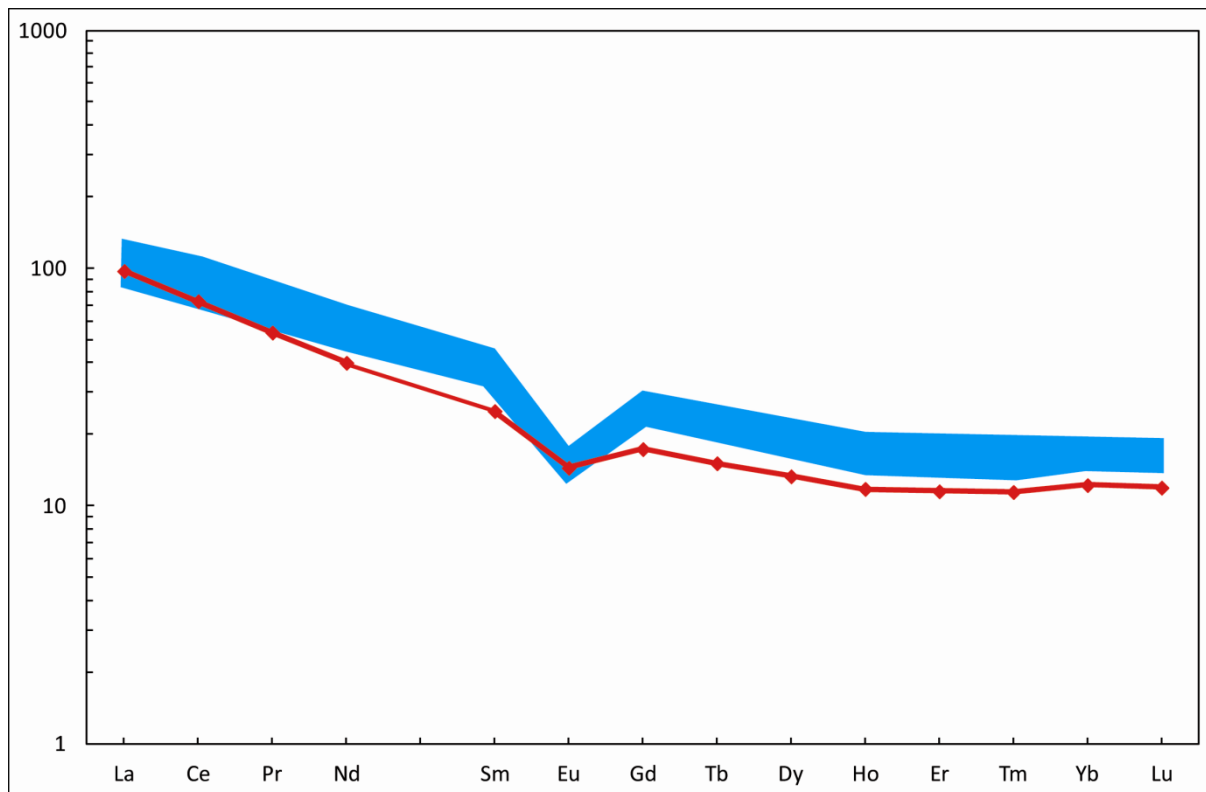


Fig. 96 : Spectres des Terres Rares normalisés aux Chondrites pour les échantillons de Lanhélin (ensemble bleu), pour l'échantillon SP1 (losange et trait rouges). Valeurs de normalisation d'Evensen et al. (1978). Voir légende Figure 78.

Le rapport isotopique du Sr de l'échantillon SP1 est plus faible (0,719746) que ceux de tous les échantillons de Lanhélin (0,73077-0,74478 ; Fig. 93). Le rapport isotopique du Nd de cet échantillon est similaire à ceux de Lanhélin (ca 0,512153 ; Fig. 93).

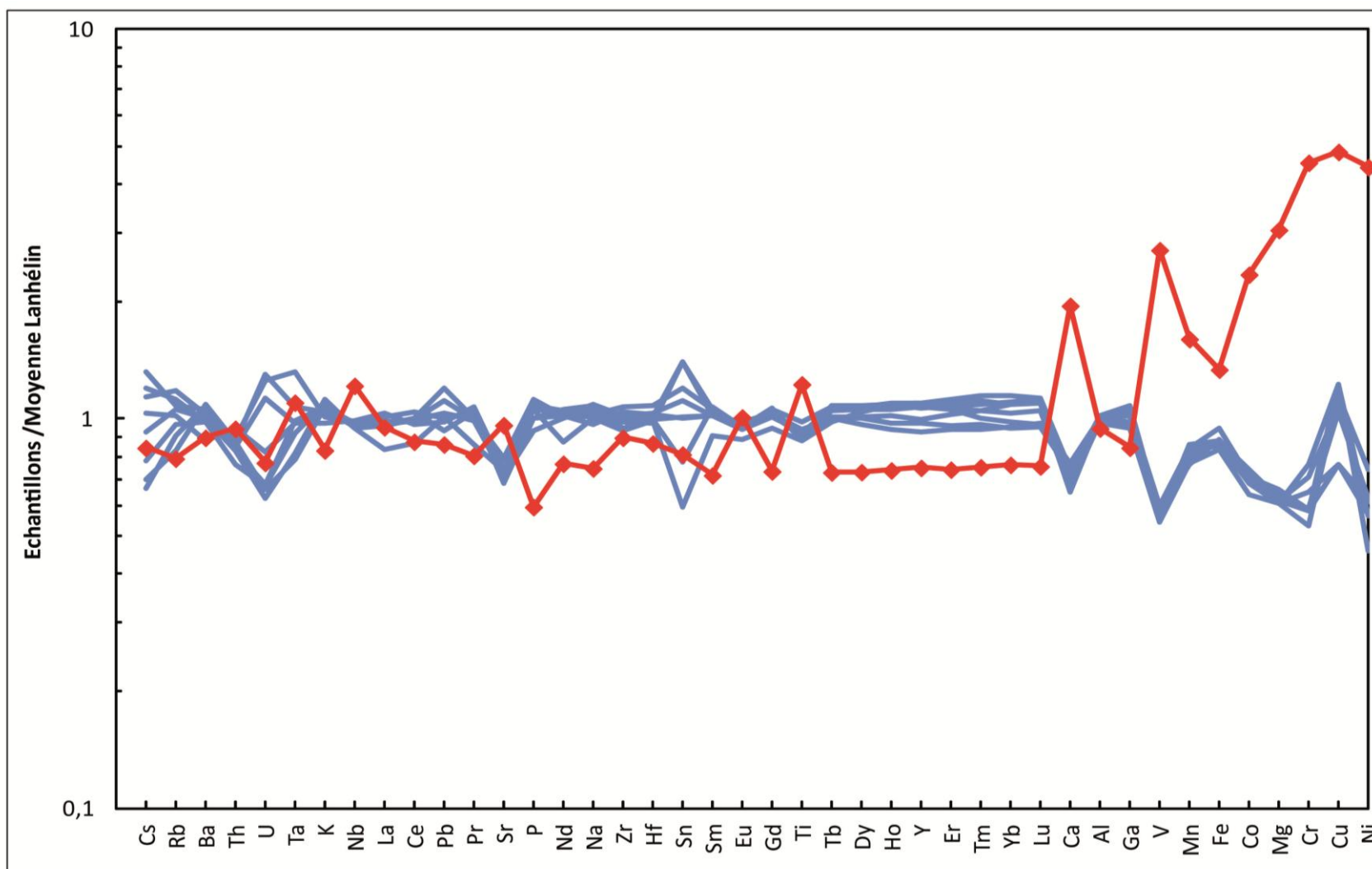


Fig. 97 : Spectres multi-élémentaires des compositions des échantillons de Lanhélin et SP1 normalisés à la moyenne du granit bleu de Lanhélin. Voir légende Figure 78.

5.3. Comparaison magnétique

L'échantillon SP1 possède des valeurs similaires d'ARN ($1,8 \cdot 10^{-3}$ A/m) et plus élevées de χ ($40,4 \cdot 10^{-5}$ SI) que celles observées dans tous les échantillons de Lanhélin ($4,32 \cdot 10^{-4} - 6,23 \cdot 10^{-3}$ A/m et $13,6 \cdot 10^{-5} - 21,2 \cdot 10^{-5}$ SI, respectivement ; Fig. 85 ; Annexe AIII-51). De plus, cet échantillon a aussi des valeurs de Jrs plus faibles ($3,96 \cdot 10^{-1}$ A/m ; Annexe AIII-51 ; Fig. 85) et de Hcr plus proches (25,3 mT) que celles observées dans certains échantillons de Lanhélin ($5,59 \cdot 10^{-2} - 1,58$ A/m et 22,6-34,9 mT, respectivement). Enfin, l'échantillon SP1 présente une anisotropie magnétique à tendance « ellipsoïde aplati » plus faible que tous les échantillons de Lanhélin (1,00-1,01 pour K_1/K_2 , K_2/K_3 et K_1/K_3 ; Annexe AIII-51).

Conclusions :

La comparaison SP1/Lanhélin met en évidence les traceurs utiles pour différencier ces deux pierres (Fig. 98) :

- traceurs minéralogiques (nature du granit, % feldspath alcalin et biotite)
- traceurs géochimiques (certains éléments majeurs, beaucoup d'éléments en traces, isotope Sr)
- traceurs magnétiques (ARN, χ , Jrs, Hcr, K)

De la même manière que la comparaison précédente B/Louvigné, toutes les méthodes, utilisées seules, apparaissent discriminantes pour différencier la pierre de construction française à partir d'un de ses analogues commerciaux étrangers. Dans le cas d'une problématique SP1/Lanhélin, ces traceurs seront discriminants.

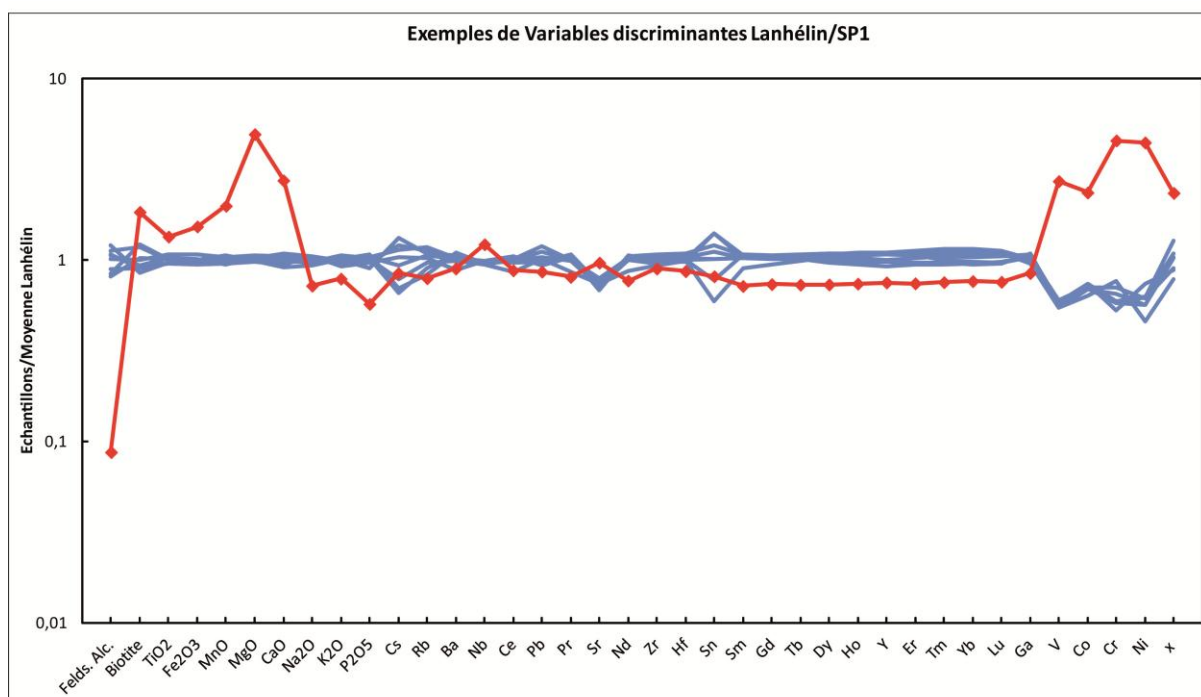


Fig. 98 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le granit bleu de Lanhélin (en bleu) et l'échantillon SP1 (rouge).

Conclusions partielles sur les trois chapitres précédents :

Grâce à quatre exemples de granits (Tarn, La Clarté, Louvigné et Lanhélin), nous pouvons commencer à entrevoir l'ébauche d'une méthodologie généralisable concernant l'identification des pierres de construction de type granitique :

- Dans le cas d'un établissement de fiche d'identité d'une pierre de construction, il faut caractériser de manière précise et détaillée un maximum de caractéristiques de la pierre.
- Dans le cas d'une comparaison entre deux pierres, la caractérisation détaillée de la pierre de référence est la première étape pour pouvoir discuter de la provenance des pierres.
- Un protocole universel de discrimination de pierres utilisant systématiquement les mêmes variables discriminantes n'est pas envisageable.

Chapitre 4.
Analyses
statistiques

Les chapitres précédents concernaient, entre autres, un traitement « manuel » des données par des comparaisons objectives et directes entre les gammes de variation de chacune des variables définies sur une population de référence (Tarn, La Clarté, Louvigné, ou Lanhélin) et celles définies sur un échantillon (erratique ou étranger). Le but de ce présent chapitre est d'effectuer un traitement statistique suivant une procédure semi-automatique (modalités dans l'Annexe AIV) des mêmes comparaisons. De plus, les analyses statistiques ont pour objectifs de vérifier les hypothèses de similarité (retrouver la provenance d'échantillons erratiques) et de dissimilarité (discrimination de deux pierres analogues commercialement) et de rechercher les variables les plus discriminantes dans les hypothèses de dissimilarité. Enfin, nous essayerons de quantifier la similarité ou la dissimilarité entre deux pierres de construction.

1. Introduction

Pour rappel, l'analyse statistique consiste en un traitement de données afin d'identifier des groupes d'échantillons et d'effectuer des tests d'appartenance d'échantillons aux groupes préalablement définis (*Chapitre Caractérisation d'une pierre de construction*). Nous avons choisi d'utiliser l'Analyse en Composante Principale (ACP), la Classification Ascendante Hiérarchique (CAH) et l'Analyse Factorielle Discriminante (AFD) car elles sont les plus couramment utilisées dans la caractérisation des pierres de construction (e.g. Benavente et al., 2007 ; Liritzis et al., 2008 ; Colao et al., 2010). L'ACP permet de diminuer le nombre de variables discriminantes et donc de révéler les variables a priori les plus pertinentes pour une caractérisation à partir d'un jeu de données comme des données pétrologiques ou géochimiques (e.g. Moropoulou et Polikreti, 2009). La CAH et l'AFD correspondent à des tests d'appartenance d'échantillons à une population de référence. Plus précisément, la CAH définit des classes d'échantillons en fonction de leur ressemblance ou de dissemblance grâce à l'établissement d'un arbre hiérarchique. Quant à l'AFD, elle prédit l'appartenance d'individus à une classe sur la base de variables explicatives quantitatives et qualitatives. Cependant, l'AFD est un test d'appartenance s'effectuant uniquement à partir d'au moins deux populations de référence prédéfinies (cf. Annexe AIV). Elle ne fonctionne donc uniquement comme dans le cas de comparaison de l'échantillon PLT avec deux populations de référence hypothétiques, Louvigné et Lanhélin.

L'analyse statistique proposée ici se déroule en deux temps.

Dans un premier temps, les analyses statistiques (ACP, CAH, AFD) concernent chaque comparaison présentée dans les chapitres précédents. Elles concernent donc deux cas d'hypothèses de départ à tester : (1) des hypothèses de similarité comprenant toutes les comparaisons d'une population de référence (Tarn, La Clarté, Louvigné et Lanhélin) avec les

échantillons erratiques (SAG4, P1, LOUV, LGOTBE, PLT et LALS) et, indirectement, en son sein, et (2) des hypothèses de dissimilarité comprenant toutes les comparaisons d'une population de référence avec les échantillons analogues commercialement de provenance étrangère. Ce dernier cas d'hypothèses de départ concerne aussi la comparaison des populations de référence entre elles, en particulier Louvigné et Lanhélin. A noter que nous ne possédons pas d'échantillons erratiques pour le granit Silverstar du Tarn donc cette hypothèse de similarité (1) n'est pas traitée.

Les échantillons utilisés dans ces analyses sont ceux pour lesquels les données pétrologiques, géochimiques et magnétiques sont complètes. Les données initiales (d'entrée) correspondent donc à toutes les caractéristiques minéralogiques, géochimiques et magnétiques quantitatives (70 variables). Dans les différents cas de comparaison visant à montrer statistiquement les différences (cas de dissimilarité) ou les similitudes (cas de similarité), l'ACP requiert de diminuer le nombre de variable en dessous du nombre d'échantillons. La procédure semi-automatique de sélection des variables est décrite en Annexe AIV.

Dans un deuxième temps, l'analyse statistique a été effectuée sur l'ensemble de la base de données de cette thèse comprenant tous les échantillons de type granitique (Tarn, La Clarté, Louvigné, Lanhélin, échantillons erratiques et étrangers, traités simultanément).

Les échantillons des pierres de construction naturelles françaises (Tarn, La Clarté, Louvigné et Lanhélin) sont considérés comme des échantillons de référence. Les échantillons des analogues commerciaux (603, Porriño, QE, A, B, 654, SP1) et les échantillons erratiques (SAG4, LOUV, LGOTBE, PLT et LALS) ou autres (P1) sont injectés dans les modèles statistiques comme étant des échantillons supplémentaires.

2. Analyses statistiques de différents cas de comparaison

2.1. Résultats pour les hypothèses de similarité

2.1.1. Analyses en Composantes Principales (ACP)

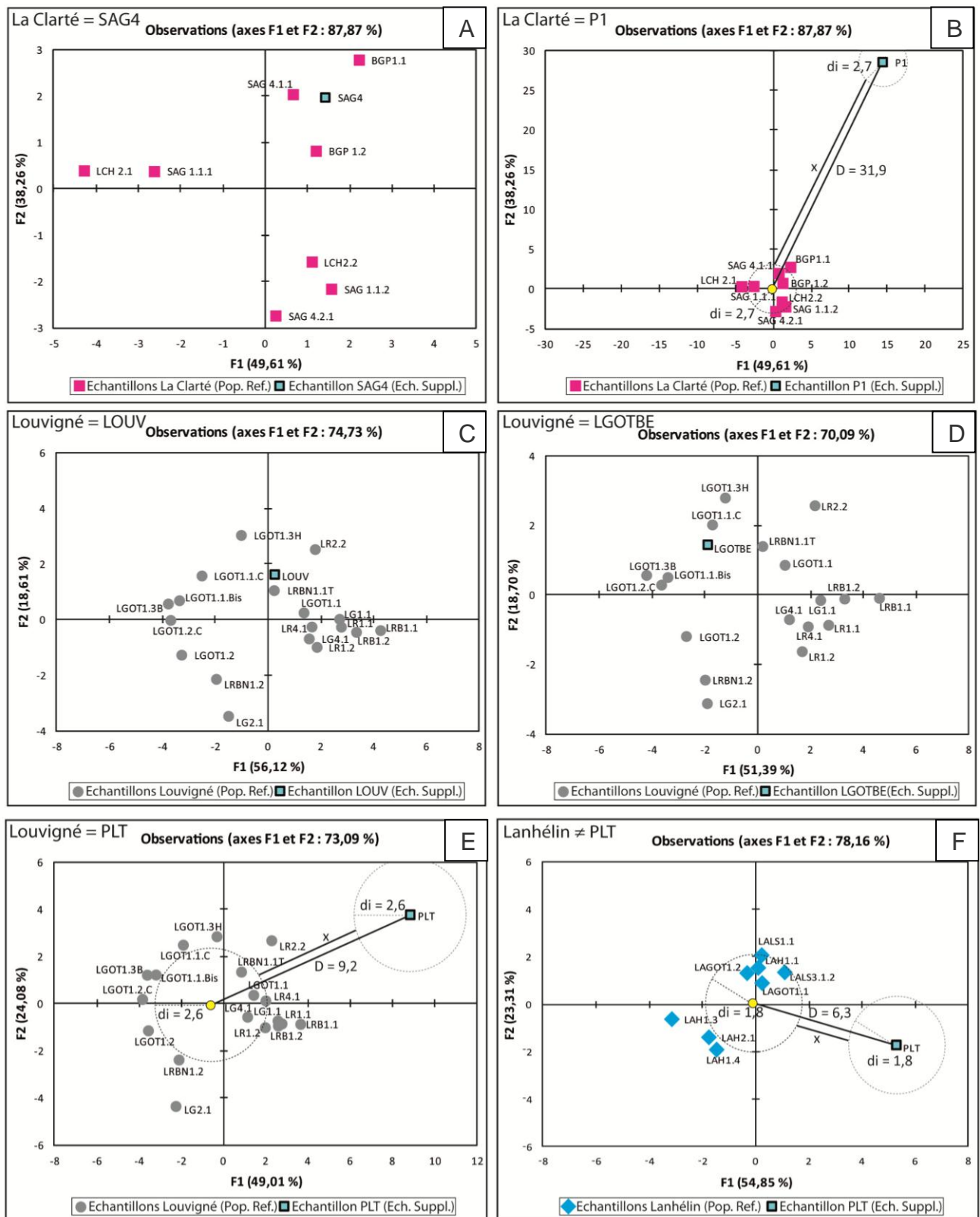
- Cas de comparaisons La Clarté/SAG4 et La Clarté/P1

D'après le *Chapitre 2*, l'échantillon SAG4 est similaire aux échantillons de La Clarté. Par contre, l'échantillon P1 ne l'est pas, il possède certaines caractéristiques communes à celles du granit rose de La Clarté mais en possède aussi de très différentes. Deux ACPs séparées sont effectuées pour vérifier et tester l'hypothèse de similarité entre les échantillons de La Clarté et les échantillons SAG4 et P1. Les résultats de ces deux ACPs sont représentés dans

les Fig.s 99A et 99B. Les échantillons de La Clarté sont représentés par des carrés roses et les échantillons SAG4 et P1 par des carrés turquoises (Fig. 99A et 99B). Les composantes principales F1 et F2 des deux ACPs expliquent 87,9% de la variance totale et sont corrélées avec 9 variables (Tableau 2, Fig. 100A). Les résultats d'ACP montrent que l'échantillon SAG4 se situe dans l'ensemble défini par les échantillons de référence de La Clarté (Fig. 99A) et que, au contraire, l'échantillon P1 s'écarte clairement de cet ensemble (Fig. 99B). Les neuf variables utiles, retenues par la procédure semi-automatique de sélection pour les deux ACPs, sont exactement les mêmes. Classées par ordre de contribution sur l'axe F1 des deux cas, on a : K_1/K_3 , accessoires, K_2/K_3 , $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$, feldspath alcalin, Ba, $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$, CaO et Cs (Tableau 2, Fig. 100A). Ces variables sont une combinaison de données modales, géochimiques et magnétiques. La variable K_1/K_3 est donc celle qui contribue le plus sur les axes F1 des deux ACPs (19,6%) et la variable Cs contribue à 19,8% sur les deux axes F2.

L'échantillon SAG4 se situe donc au sein de l'ensemble défini par les échantillons de référence de La Clarté. Le rapport x/D de l'espace F1-F2 (où x et D sont des distances) qui estime la distance relative entre un échantillon et une population de référence, et qui est utilisé pour mesurer le degré de confiance à laquelle une hypothèse est vérifiée, est ici supérieur à 1 (Fig. 100A, 100B et détails en Annexe AIV). Dans ce cas, nous considérons que l'hypothèse de similarité est vérifiée avec une probabilité de 100%. Donc, l'utilisation de neuf variables est suffisante pour dire que l'échantillon SAG4 est une pierre de construction commercialisable sous le nom granit rose de La Clarté, avec une probabilité de 100%.

L'échantillon P1 diffère clairement de l'ensemble défini par les échantillons de référence de La Clarté (Fig. 99B). Dans l'espace F1-F2, le rapport x/D est égal à 83% (détails du calcul en Annexe AIV, partie 1.1). L'utilisation des neuf variables permet dans ce cas d'affirmer que l'échantillon P1 ne correspond pas à une pierre de construction commercialisable de type granit rose de La Clarté avec un écart entre la variance de P1, arbitrairement fixée, et celle de La Clarté égal à 83%. Grâce aux résultats sur ces deux ACPs, nous avons vérifié que l'échantillon SAG4 appartient à la population de référence La Clarté et qu'elle peut être considérée comme une pierre commercialisable. De plus, ces résultats ont vérifié que l'échantillon P1 n'appartenait pas à cette population de référence. Nous pouvons confirmer les résultats du traitement manuel des comparaisons des données de La Clarté, SAG4 et P1 effectuées dans le *Chapitre 2*. Retrouver la provenance d'une pierre de construction de type rose de La Clarté semble donc possible avec des méthodes différentes.



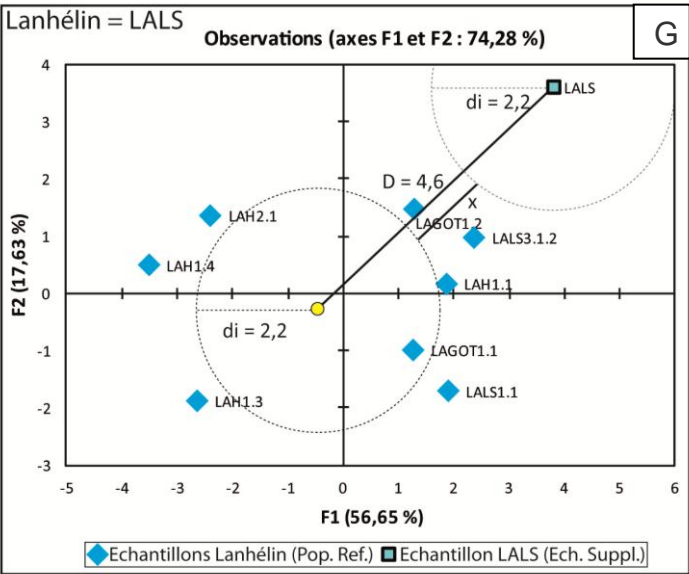


Fig. 99 : Résultats des ACP finales pour les cas de comparaisons d’hypothèses de similarité testées. Les cercles noirs montrent la variance moyenne des échantillons de la population de référence (di : distance moyenne au barycentre, rond jaune au contour noir). Les cercles gris matérialisent la variance des échantillons supplémentaires (erratiques) arbitrairement fixée à la valeur de celle de la population de référence. D : distance entre le barycentre de la population de référence et l’échantillon erratique et x : distance entre la population ajoutée de sa variance et l’échantillon erratique ajoutée de sa variance permettant de calculer le degré de confiance de l’hypothèse testée.

En comparant les variables retenues ici pour montrer la similarité entre le granit rose de La Clarté et l’échantillon SAG4 avec celles décrites dans le *Chapitre 2*, nous pouvons observer qu’elles diffèrent. Les variables Feldspath Alcalin, Ba et Cs faisaient partie de celles qui présentaient de petites différences non significatives entre cet échantillon et le groupe La Clarté. Les six autres variables possédaient des valeurs toutes en recouvrement entre La Clarté et SAG4. De la même manière, les variables retenues de l’ACP La Clarté/P1 sont différentes de celles décrites dans le *Chapitre 2*. Seules les variables Feldspath Alcalin et Accessoires font partie des variables en recouvrement donc communes au granit rose de La Clarté et à l’échantillon P1. Les autres variables étaient clairement des variables possédant des valeurs significativement (et parfois partiellement) différentes entre La Clarté et l’échantillon P1.

Similarité La Clarté					
Variables SAG4	F1 (%)	F2 (%)	Variables P1	F1 (%)	F2 (%)
Felds. Alcalin	12,2	11,7	Felds. Alcalin	12,2	11,7
Accessoires	18,0	2,0	Accessoires	18,0	2,0
CaO	3,3	19,1	CaO	3,3	19,1
Ba	10,3	11,0	Ba	10,3	11,0
Cs	3,2	19,8	Cs	3,2	19,8
¹⁴⁷ Sm / ¹⁴⁴ Nd	5,4	18,0	¹⁴⁷ Sm / ¹⁴⁴ Nd	5,4	18,0
¹⁴³ Nd / ¹⁴⁴ Nd	13,9	10,1	¹⁴³ Nd / ¹⁴⁴ Nd	13,9	10,1
K ₂ /K ₃	14,0	7,2	K ₂ /K ₃	14,0	7,2
K ₁ /K ₃	19,6	1,0	K ₁ /K ₃	19,6	1,0

Tableau 2 : Récapitulatif des variables retenues dans la comparaison La Clarté/SAG4 et La Clarté/P1 d’après les ACPs finales.

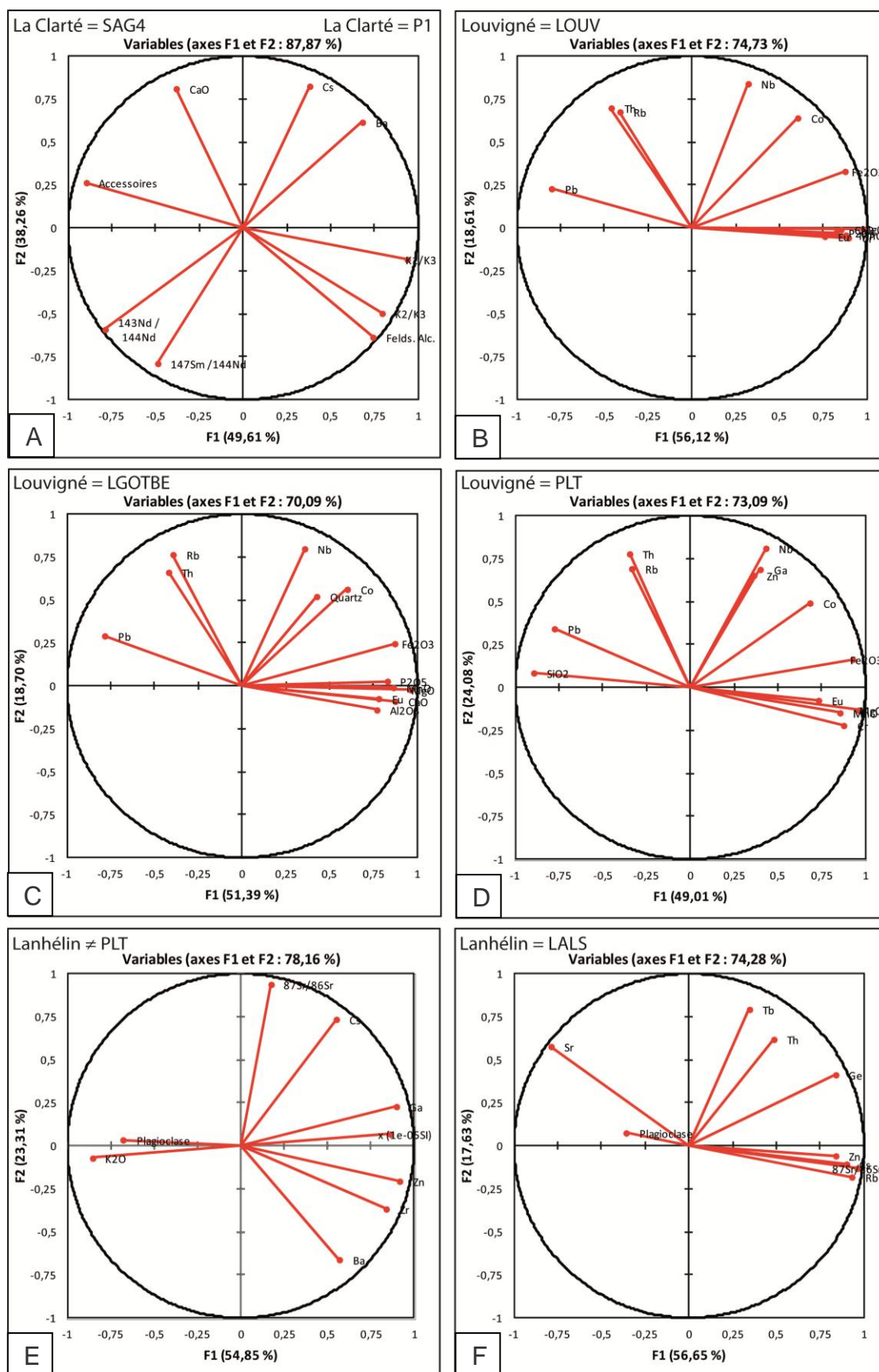


Fig. 100 : Position des variables retenues dans le cercle des corrélations pour les cas de comparaisons où les hypothèses de similarité ont été testées.

- Cas de comparaisons Louvigné/LOUV, Louvigné/LGOTBE et Louvigné/PLT

De la même manière que pour le granit rose de La Clarté et d'après les résultats du *Chapitre 3* (similitudes entre les échantillons de Louvigné, LOUV et LGOTBE), les ACPs sont utilisées pour tester la similarité entre les échantillons de Louvigné (ronds gris ; Fig. 99C, 99D) et les échantillons LOUV et LGOTBE (carrés turquoises ; Fig. 99C, 99D).

Les composantes principales F1 et F2 de l'ACP Louvigné/LOUV expliquent 74,7% de la variance totale et sont corrélées avec 12 variables (Fig. 99C, 100B et Tableau 3). F1 et F2 de l'ACP Louvigné/LGOTBE expliquent quant à eux 70,1% de la variance totale et sont corrélées avec 13 variables (Fig. 99D, 100C, et Tableau 3). Les résultats des deux ACPs montrent que les échantillons LOUV et LGOTBE se situent dans l'ensemble défini par les échantillons de Louvigné (Fig. 99C, 99D).

Les douze variables utiles et retenues par l'ACP concernant la similarité Louvigné/LOUV sont : Fe_2O_3 , MnO, MgO, CaO, P_2O_5 , Co, Cr, Eu, Nb, Pb, Rb, Th. Ce ne sont que des variables géochimiques (Tableau 3, Fig. 100B). La variable MgO est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (14,1%) et la variable Nb contribue à 31,6% sur l'axe F2. Les treize variables permettant de vérifier la similarité Louvigné/LGOTBE sont : Quartz, Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO, MgO, CaO, P_2O_5 , Co, Eu, Nb, Pb, Rb, Th. Ces variables sont presque identiques à celles utilisées dans la comparaison Louvigné/LOUV. Seules les variables Quartz, Al_2O_3 et Cr diffèrent dans ces deux comparaisons. Cette liste de treize variables utiles dans la similarité Louvigné/LGOTBE est une combinaison de variables modales et géochimiques (Tableau 3, Fig. 100C). La variable MgO est aussi celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (13,8%) et la variable Nb contribue également à 26,3% sur l'axe F2.

Les échantillons LOUV et LGOTBE se situent dans l'ensemble défini par les échantillons de référence de Louvigné. Le rapport x/D est supérieur à 1. Donc, l'utilisation de ces variables modales et/ou géochimiques (selon le cas de comparaison) est suffisante pour dire que les échantillons LOUV et LGOTBE sont des pierres de construction commercialisables sous le nom granit gris bleu de Louvigné avec une probabilité de 100%.

Grâce aux résultats sur ces deux ACPs, nous avons vérifié que les échantillons erratiques LOUV et LGOTBE appartiennent à la population de référence de Louvigné, comme l'ont démontré les résultats du traitement « manuel » des comparaisons des données de Louvigné avec celles de LOUV et LGOTBE, effectuées dans le *Chapitre 3*. Retrouver la provenance d'une pierre de construction de type rose de Louvigné semble donc ici encore possible.

En comparant les variables suffisantes pour montrer la similarité entre le granit de Louvigné et les échantillons LOUV et LGOTBE avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, toutes les variables retenues par les deux ACPs sont des variables dont les valeurs sont en recouvrement dans chaque comparaison (cf. *Chapitre 3*).

Similarité Louvigné								
Variables LOUV	F1 (%)	F2 (%)	Variables LGOTBE	F1 (%)	F2 (%)	Variables PLT	F1 (%)	F2 (%)
Fe ₂ O ₃	11,3	4,9	Quartz	2,7	11,2	SiO ₂	12,6	0,2
MnO	11,4	0,1	Al ₂ O ₃	8,8	0,8	Fe ₂ O ₃	13,4	0,9
MgO	14,1	0,0	Fe ₂ O ₃	11,3	2,5	MnO	11,4	0,7
CaO	10,7	0,0	MnO	11,1	0,0	MgO	14,4	0,5
P ₂ O ₅	10,0	0,0	MgO	13,8	0,0	Co	7,3	7,8
Co	5,4	18,4	CaO	11,4	0,3	Cr	12,0	1,6
Cr	11,8	0,1	P ₂ O ₅	10,3	0,0	Eu	8,4	0,2
Eu	8,5	0,1	Co	5,4	13,1	Ga	2,5	15,1
Nb	1,5	31,6	Eu	9,1	0,2	Nb	2,9	21,0
Pb	9,6	2,4	Nb	1,9	26,3	Pb	9,5	3,7
Rb	2,5	20,5	Pb	9,2	3,5	Rb	1,8	15,3
Th	3,2	21,9	Rb	2,3	24,1	Th	1,9	19,4
			Th	2,7	18,0	Zn	2,0	13,6

Tableau 3 : Récapitulatif des variables retenues dans les comparaisons Louvigné/LOUV, Louvigné/LGOTBE et Louvigné/LGOTBE d'après les ACPs finales.

D'après le *Chapitre 3*, l'échantillon PLT possède certaines caractéristiques communes à celles du granit gris bleu de Louvigné (couleur, types d'enclaves, modes, propriétés magnétiques) mais en possède aussi de différentes (feldspath alcalin, Fe₂O₃, V, Zn). Une ACP Louvigné/PLT a été réalisée pour tester l'hypothèse de similarité entre les échantillons de Louvigné (ronds gris ; Fig. 99E) et l'échantillon PLT (carré turquoise ; Fig. 99E). Les composantes principales de l'ACP expliquent 73,1% de la variance totale et sont corrélées avec treize variables (Fig. 99E, 100D et Tableau 3). L'échantillon PLT diffère clairement de l'ensemble défini par les échantillons de Louvigné (Fig. 99E). Les treize variables retenues par l'ACP Louvigné/PLT sont presque identiques à celles utilisées dans les 2 comparaisons précédentes (Louvigné/LOUV et Louvigné/LGOTBE), c'est-à-dire : SiO₂, Fe₂O₃, MnO, MgO, Co, Cr, Eu, Ga, Nb, Pb, Rb, Th et Zn. Ce sont des variables géochimiques (Tableau 3). Seules les variables SiO₂, Ga et Zn diffèrent dans ces trois comparaisons. La variable MgO est

encore une fois celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (14,4%) et la variable Nb contribue à 21,0% sur l'axe F2.

Comme l'échantillon PLT s'écarte un peu de l'ensemble défini par les échantillons de Louvigné, nous pouvons calculer le rapport x/D , pour estimer la distance relative entre l'échantillon PLT et sa population de référence. Dans ce cas, il est égal à 30% (cf. partie 2.1.1 La Clarté, Annexe AIV). Pour rappel, cet échantillon a été prélevé sur un chantier de rénovation sur la Place du Parlement de Bretagne à Rennes. Les informations recueillies auprès de la Mairie de Rennes précisent que cet échantillon est soit du granit gris bleu de Louvigné soit du granit bleu de Lanhélin. Aussi, il est surprenant que d'après les résultats d'ACP, l'échantillon PLT ne correspondrait pas à la population de référence Louvigné commercialisée avec cet écart de 30%. Or, les résultats d'une ACP effectuée sur le granit bleu de Lanhélin et l'échantillon PLT (Fig. 99F) met en évidence que l'échantillon PLT diffère de la population de référence Lanhélin commercialisée avec un écart de 43%. Cet écart est légèrement plus important que celui calculé entre PLT et Louvigné.

Même si l'ACP semble indiquer que PLT est plus proche de Louvigné que de Lanhélin, les résultats des deux ACP (Louvigné/PLT et Lanhélin/PLT) ne permettent pas de déterminer la provenance de l'échantillon PLT. La méthode statistique ACP utilisée seule laisse une ambiguïté concernant la provenance de cet échantillon. Cette ambiguïté sera levée grâce à l'utilisation de la CAH et de l'AFD (parties 2.1.2 et 2.1.3).

En comparant les variables retenues par l'ACP Louvigné/PLT (Tableau 2) avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, nous pouvons observer que seules les variables Fe_2O_3 et Zn sont clairement des variables dont les valeurs diffèrent entre Louvigné et l'échantillon PLT. Les autres variables sont des variables en recouvrement donc communes au granit gris bleu de Louvigné et à l'échantillon PLT.

- Cas de comparaisons Lanhélin/LALS

Toujours d'après le *Chapitre 3*, l'échantillon LALS possède certaines caractéristiques communes à celles du granit bleu de Lanhélin (couleur, types d'enclaves, modes, propriétés magnétiques) mais en possède aussi des différentes (quartz, feldspath alcalin, plagioclase, Hcr, ASM). L'ACP Lanhélin/LALS teste l'hypothèse de similarité entre les échantillons de Lanhélin (losanges bleus ; Fig. 99G) et l'échantillon LALS (carré turquoise ; Fig. 99G). Les composantes principales F1 et F2 explique 74,3% de la variance totale et sont corrélées avec 9 variables (Fig. 100F et Tableau 4). L'échantillon LALS s'écarte clairement de l'ensemble

défini par les échantillons de Lanhélin (Fig. 99G). Les neuf variables retenues par cette ACP sont: Plagioclase, Cs, Ge, Rb, Sr, Tb, Th, Zn, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$. Ce sont des variables modales et géochimiques (Tableau 4, Fig. 100F). Seules les variables Rb, Th et Zn sont communes à celles utilisées dans les comparaisons précédentes Louvigné/LOUV, Louvigné/LGOTBE et Louvigné/PLT. La variable $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (18,0%) et la variable Tb contribue à 39,6% sur l'axe F2.

Comme l'échantillon LALS ne se situe pas à l'intérieur du groupe défini par les échantillons de Lanhélin et que le rapport x/D est seulement de 4,35% (Fig. 99G), les résultats de l'ACP suggèrent que l'échantillon LALS ne correspond pas à une pierre de construction de type granit bleu de Lanhélin commercialisable. Cependant, ici la faible valeur de x/D, une approximation de l'écart des variances, laisse une ambiguïté. Cette ambiguïté sera levée grâce à l'utilisation de la CAH et de l'AFD (parties 2.1.2 et 2.1.3).

En comparant les variables retenues par l'ACP Lanhélin/LALS (Tableau 4) avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, nous pouvons observer que seule la variable Plagioclase est clairement une variable avec des valeurs distinctes entre ces deux pierres de construction. Les autres variables sont des variables en recouvrement dont les valeurs sont communes au granit bleu de Lanhélin et à l'échantillon LALS.

Similarité Lanhélin		
Variables LALS	F1 (%)	F2 (%)
Plagioclase	2,6	0,4
Cs	15,9	0,7
Ge	13,8	10,8
Rb	16,9	2,1
Sr	12,2	21,0
Tb	2,3	39,7
Th	4,6	24,2
Zn	13,8	0,2
$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	18,0	1,1

Tableau 4 : Récapitulatif des variables pertinentes dans la comparaison Lanhélin/LALS d'après l'ACP finale.

2.1.2. Classifications Hiérarchiques Ascendantes (CAH)

La CAH met en évidence les résultats de nos ACP en produisant un arbre de classification binaire (dendrogramme ; Fig. 101 A, B, C, D, E, F et G). La CAH est une méthode de classification itérative qui consiste à définir des classes d'objets classés ou non en fonction de leur ressemblance ou de dissemblance. Dans un dendrogramme, les racines, formées par les classes et apparaissant selon un axe horizontal, sont connectées à différents niveaux de dissimilarité le long d'un axe vertical (Annexe AIV, partie 1.2). La CAH calcule un degré de dissemblance entre les échantillons. Lorsque la dissimilarité est proche de 0, les échantillons sont considérés similaires et appartenant au même groupe.

- Cas de comparaisons La Clarté/SAG4 et La Clarté/P1

Sur la Fig. 101A, l'échantillon SAG4 se situe dans la classe définie par les échantillons de La Clarté. De plus, il est positionné relativement proche de l'échantillon SAG4 1.1. L'échantillon SAG4 correspond clairement à une pierre de construction commercialisable certainement issue de la carrière SAG4 du granit rose de La Clarté (résultat concordant avec notre échantillonnage), avec une probabilité de 100%. Par contre, l'échantillon P1 n'appartient pas au groupe défini par les échantillons de La Clarté (Fig. 101B). Le dendrogramme confirme que P1 ne correspond pas à une pierre de construction de type granit rose de La Clarté commercialisable.

- Cas de comparaisons Louvigné/LOUV, Louvigné/LGOTBE et Louvigné/PLT

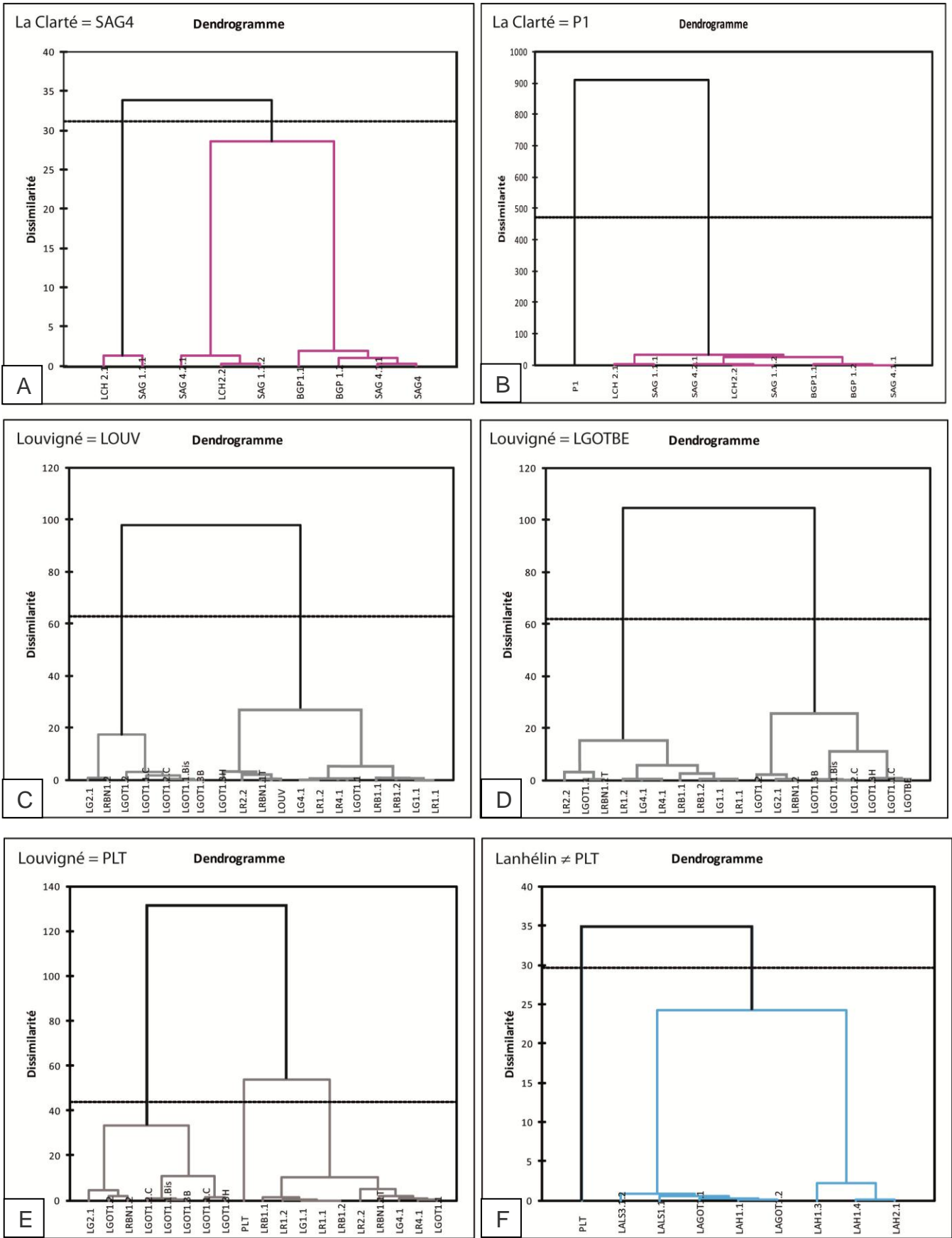
Les échantillons LOUV et LGOTBE se situent dans la classe définie par les échantillons de Louvigné (Fig. 101C, 101D). Ils correspondent clairement à des pierres de construction commercialisables issues d'une des carrières d'exploitation du granit gris bleu de Louvigné avec une probabilité de 100%. De plus, l'échantillon LGOTBE se positionne dans le dendrogramme près des échantillons de Graniouest (Fig. 101D). Il est possible qu'il soit issu de la carrière d'exploitation Graniouest du granit Louvigné, résultat concordant avec l'échantillonnage. Cependant une comparaison de détail de la position des échantillons sur le dendrogramme en fonction de leur carrière d'origine confirme que la provenance en termes de carrière ne peut pas être garantie. Par exemple, les échantillons LGOT1.1 et LGOT1.3H de la carrière Graniouest (Louvigné) semblent appartenir à 2 sous groupes légèrement différents du groupe défini par les autres échantillons de cette carrière (Fig.101C).

La CAH effectuée sur les échantillons Louvigné et PLT (Fig. 101E) met en évidence que l'échantillon PLT se positionne entre deux groupes d'échantillons de Louvigné sur le dendrogramme (Fig. 101E). Cet échantillon appartient au premier ordre au granit gris bleu de Louvigné. De plus, nous pouvons observer, sur la CAH des échantillons de Lanhélin et de l'échantillon PLT (101F), qu'au premier ordre l'échantillon PLT diffère de la population de référence du granit bleu de Lanhélin.

La combinaison de l'ACP et de la CAH permet de conclure que l'échantillon PLT peut correspondre à une pierre de construction commercialisée sous le nom de granit gris bleu de Louvigné. Les différences de ses caractéristiques avec celles du granit de Louvigné (*Chapitre 3*) et son positionnement excentré par rapport au groupe défini par les échantillons de Louvigné (ACP) pourraient s'expliquer par le fait que l'échantillonnage en carrières reflète la diversité des roches disponibles à un moment donné. Sachant que l'extraction en carrière progresse latéralement et en profondeur, une variation dans la qualité de la roche au cours du temps ne peut pas être exclue et est un phénomène bien connu des carriers. L'échantillon PLT ayant vraisemblablement été extrait plusieurs années avant notre échantillonnage de la population de référence de Louvigné, cette hypothèse peut être retenue.

- Cas de comparaisons Lanhélin/LALS

L'échantillon LALS se positionne entre deux groupes d'échantillons de Lanhélin sur le dendrogramme (Fig. 101G). Cet échantillon appartient au premier ordre au granit bleu de Lanhélin. Donc, cet échantillon est une pierre de construction de type granit bleu de Lanhélin. Les différences dans ses caractéristiques avec celles du granit de Lanhélin pourraient s'expliquer par le fait que cet échantillon ne possède pas la qualité nécessaire pour être une pierre de construction commercialisable ou alors qu'il augmente la variance de la pierre de construction.



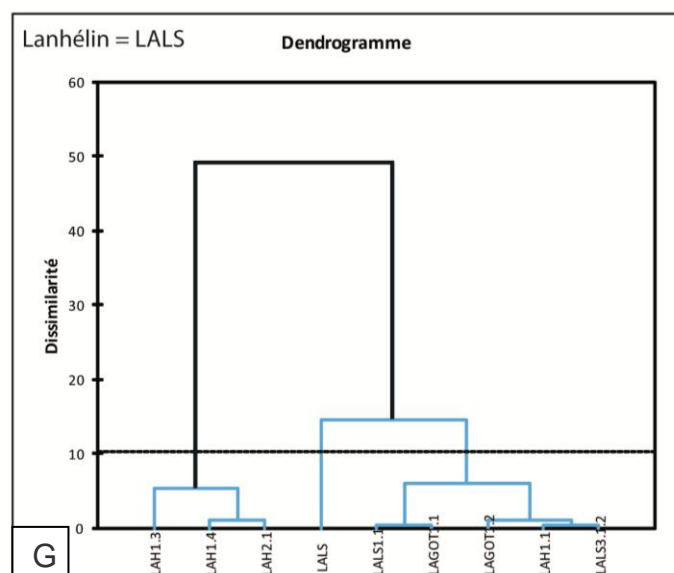


Fig. 101 : Résultats des CAH finales pour les cas de comparaisons d'hypothèses de similarité. Les traits pointillés correspondent aux troncatures automatiques de la CAH pour définir les groupes d'échantillons.

2.1.3. Analyse Factorielle Discriminante (AFD)

L'AFD consiste en un test d'appartenance d'un échantillon à une population de référence connue et prédéfinie. Pour effectuer une AFD, il faut disposer d'au moins deux populations de référence définies et d'un échantillon à tester. L'échantillon PLT a été prélevé sur un chantier situé sur la Place du Parlement de Bretagne à Rennes. D'après la Mairie de Rennes, cet échantillon est soit du granit gris bleu de Louvigné soit du granit bleu de Lanhélin. Tout au long de cette étude, l'échantillon PLT a toujours été comparé à la population de référence de Louvigné. Cette hypothèse est basée sur les observations macroscopiques (couleur, taille de grains, présence d'enclaves sur toutes les dalles de la Place du Parlement de Bretagne) et confortée par les observations microscopiques (texture, minéralogie, proportions volumiques, présence d'orthose et non de microcline). Cet échantillon est le seul à pouvoir prétendre au test d'appartenance de l'AFD ; il possède deux hypothétiques populations de référence. Nos AFDs fonctionnent avec des variables quantitatives (soit toutes les variables présentes dans l'ACP Louvigné/PLT ou soit celles de l'ACP Lanhélin/PLT) et une variable qualitative (localisation des échantillons : Louvigné ou Lanhélin). La combinaison de l'ACP et de la CAH permet de conclure que l'échantillon PLT correspond à une pierre de construction commercialisée sous le nom de granit gris bleu de Louvigné. Donc, pour cette raison, la première AFD effectuée est un test d'appartenance de l'échantillon PLT à la population de référence Louvigné. La deuxième AFD concerne un test pour vérifier la non appartenance de l'échantillon PLT à la population de référence Lanhélin.

Ces AFD ont été effectués sur tous les échantillons en considérant les 26 échantillons de Louvigné et de Lanhélin comme des échantillons d'estimations (de référence) et l'échantillon PLT comme un échantillon de validation.

La première étape d'une AFD est d'estimer la cohésion des groupes de référence grâce à une matrice de confusion (Annexe AIV, partie 1.3). D'après cette matrice, il n'y a pas d'erreur de localisation à l'intérieur des groupes de référence (Tableau 5). Ces derniers sont distincts.

de \ Vers	Lanhélin	Louvigné	Total	% correct
Lanhélin	8	0	8	100,00%
Louvigné	0	18	18	100,00%
Total	8	18	26	100,00%

Tableau 5 : Matrice de confusion des échantillons d'estimations.

- 1^{ère} AFD : Hypothèse PLT appartient à Louvigné

Le Tableau 6 présente les résultats de l'AFD. La deuxième colonne du Tableau présente la classification indiquée avant l'AFD (« a priori ») correspondant à la localisation prétendue de l'échantillon PLT et la classification après l'AFD (« a posteriori »), c'est-à-dire son résultat. Ces deux classifications indiquent le même résultat. La troisième colonne présente les probabilités d'appartenance de chaque échantillon par rapport aux groupes de référence, soit Louvigné $\text{Pr}(\text{Louvigné})$ soit Lanhélin $\text{Pr}(\text{Lanhélin})$. Lorsque la probabilité est égale à 1, l'échantillon appartient à ce groupe de référence. Cette colonne confirme les résultats obtenus par la matrice de confusion des échantillons d'estimations (Tableau 6) : il n'y a pas de confusion de localisation à l'intérieur des groupes de référence.

En regardant les résultats pour l'échantillon PLT, ils indiquent une probabilité de 1 pour Louvigné et de 0 pour Lanhélin. L'échantillon PLT appartient donc au groupe de référence de Louvigné.

Observations	A priori	A posteriori	Pr(Lanhélin)	Pr(Louvigné)
LG1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LG2.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LG4.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR2.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR4.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.1.C	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.1.Bis	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.2.C	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.3H	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.3B	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRB1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRB1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRBN1.1T	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRBN1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LAH1.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAH1.3	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAH1.4	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAH2.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LALS1.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LALS3.1.2	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAGOT1.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAGOT1.2	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
PLT	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000

Tableau 6: Résultats de l'AFD. Classifications a priori et a posteriori et probabilités d'appartenance de PLT à l'un des deux groupes de référence, Louvigné ou Lanhélin.

- 2^e AFD : Hypothèse PLT appartient à Lanhélin

Le Tableau 7 présente les résultats de cette AFD. Les deux classifications « a priori » et « a posteriori » indiquent les mêmes résultats que précédemment pour les échantillons d'estimations. Par contre, nous pouvons observer que la classification Lanhélin « a priori » de l'échantillon PLT a été remplacée par Louvigné « a posteriori » (colonne 2).

L'échantillon possède une probabilité égale à 1 (4^e colonne) pour le test d'appartenance à Louvigné. Même dans le cas d'une hypothèse de départ « PLT = Lanhélin », l'AFD confirme que l'échantillon PLT appartient au groupe de Louvigné.

Observation	A priori	A posteriori	Pr(Lanhélin)	Pr(Louvigné)
LG1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LG2.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LG4.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR2.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LR4.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.1.C	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.1.Bis	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.2.C	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.3H	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LGOT1.3B	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRB1.1	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRB1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRBN1.1T	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LRBN1.2	Louvigné	Louvigné	0,000	1,000
LAH1.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAH1.3	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAH1.4	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAH2.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LALS1.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LALS3.1.2	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAGOT1.1	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
LAGOT1.2	Lanhélin	Lanhélin	1,000	0,000
PLT	Lanhélin	Louvigné	0,000	1,000

Tableau 7 : Résultats de l'AFD. Classifications a priori et a posteriori et probabilités d'appartenance de PLT à l'un des deux groupes de référence, Louvigné ou Lanhélin.

Conclusions :

Les deux analyses statistiques relatives au granit rose de La Clarté confirment bien les conclusions du chapitre 2 : (1) l'échantillon SAG4 entre dans les gammes de variations de celles du granit rose de La Clarté. L'échantillon SAG4 correspond clairement à 100% à une pierre de construction commercialisable, issue d'une des carrières d'exploitation (possiblement SAG4) du granit rose de La Clarté ; (2) l'échantillon P1 ne correspond pas à un échantillon du granit rose de La Clarté ; et donc (3) la comparaison des caractéristiques d'un échantillon à celles de la population de référence précédemment caractérisée, La Clarté, permet de discuter et de retrouver la provenance des pierres de construction de ce type.

Les variables retenues dans ces deux analyses statistiques sont exactement les mêmes : feldspath alcalin, accessoires, CaO, Ba, Cs, $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$, $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$, K_2/K_3 et K_1/K_3 . C'est une combinaison des variables d'analyse modale, géochimique et magnétique. Nous pouvons suggérer que ces variables soient les traceurs permettant de retrouver la provenance des pierres de construction de type rose de La Clarté.

De la même manière que les analyses statistiques du granit rose de La Clarté, les cinq analyses statistiques concernant les granits de Louvigné et de Lanhélin confirment les conclusions du chapitre 3 : (1) les échantillons LOUV et LGOTBE entrent dans les gammes de variations de celles du granit gris bleu de Louvigné. Ces deux échantillons correspondent clairement à des pierres de construction commercialisables issues des carrières en exploitation du granit gris bleu de Louvigné, (2) PLT correspond à une pierre de construction commercialisée sous le nom de granit gris bleu de Louvigné. Ses petites différences avec les caractéristiques du granit de Louvigné pourraient s'expliquer par des variations au cours du temps de la qualité des roches exploitées. (3) L'échantillon LALS est une pierre de construction de type granit bleu de Lanhélin. Ses caractéristiques augmentent légèrement la variabilité de sa population de référence. (4) La comparaison des caractéristiques d'un échantillon à celles de populations de référence, précédemment caractérisées, permet de retrouver la provenance de pierres de construction.

Les variables retenues dans les 3 analyses statistiques du granit gris bleu de Louvigné sont: Fe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , P_2O_5 , Co , Cr , Eu , Nb , Pb , Rb , Th (que des variables géochimiques). Pour ces comparaisons Louvigné/échantillons erratiques, cette liste de variables semble être pertinente afin de retrouver la provenance de ces pierres. Il n'est pas démontré ici que cette liste soit universelle pour démontrer la similarité d'une pierre avec le granit de Louvigné. Les variables retenues dans l'ACP Lanhélin/LALS sont: Plagioclase, Cs , Ge , Rb , Sr , Tb , Th , Zn , $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ (variables modales et géochimiques).

2.2. Résultats statistiques pour les hypothèses de dissimilarité

2.2.1. Analyses en Composantes Principales (ACP)

- Cas de comparaison Tarn/603

Les composantes principales F1 et F2 de l'ACP expliquent 79,4% de la variance totale et sont corrélées avec dix variables (Fig. 102A, Tableau 8). L'échantillon 603 (carré turquoise) s'écarte clairement de l'ensemble défini par les échantillons du granit gris du Tarn (croix jaunes ; Fig. 102A). Les dix variables retenues par l'ACP Tarn/603 sont : Feldspath Alcalin, Al_2O_3 , Be , Eu , Ta , Tb , Th , Zn , Zr et Hcr . Ce sont des variables modales, géochimiques et magnétiques (Tableau 8, Fig. 103A). La variable Zn est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (15,2%) et la variable Be contribue à 38,8% sur l'axe F2. En comparant ces variables avec celles décrites dans le *Chapitre 1*, nous pouvons observer que la moitié d'entre elles, c'est-à-dire, les variables Feldspath Alcalin, Al_2O_3 , Eu , Ta , Tb , Th et Hcr sont communes aux deux listes de variables discriminantes. Les autres variables retenues par l'ACP (Be , Zn et Zr) sont des variables dont les valeurs sont en recouvrement et communes au granit gris du Tarn et à l'échantillon 603. Une ACP supplémentaire utilisant uniquement les variables communes aux deux méthodes de comparaisons (« manuelle » dans le *Chapitre 1* et statistique dans ce chapitre) indique que l'utilisation des seules variables Feldspath Alcalin, Eu , Ta , Tb , Th et Hcr distingue l'échantillon 603 du granit gris Silverstar du Tarn (Fig. 102B, 103B, Tableau

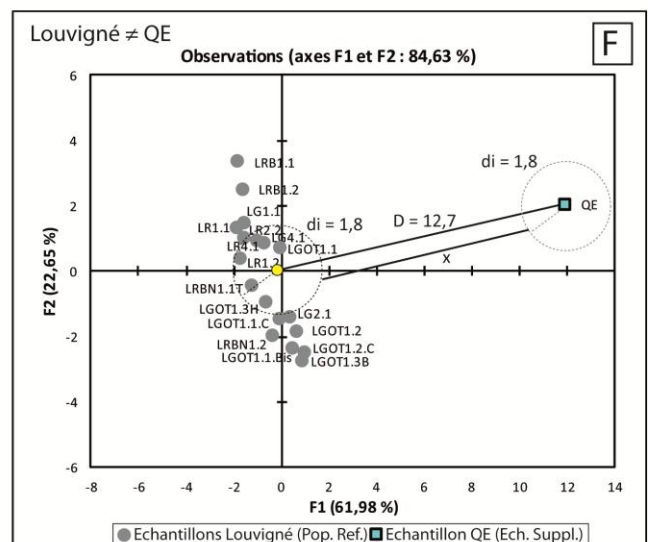
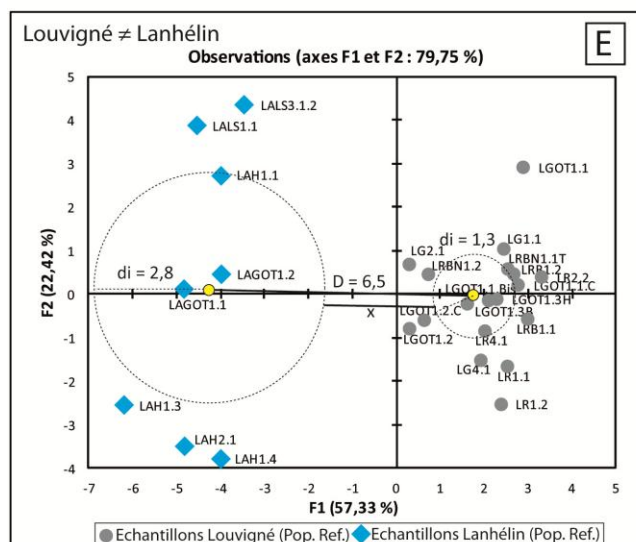
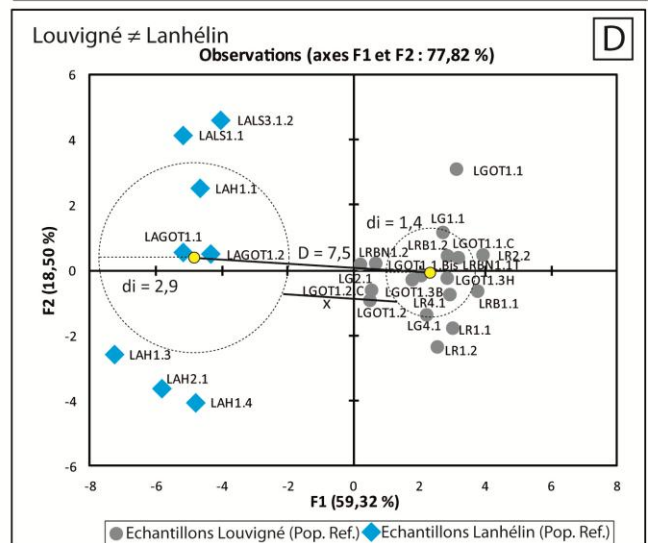
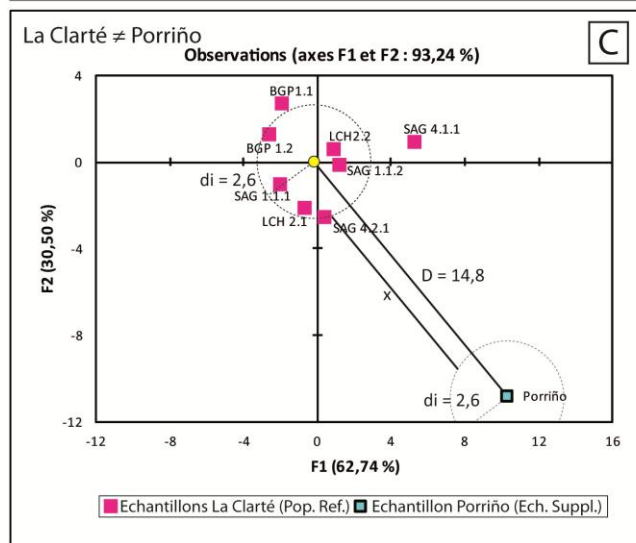
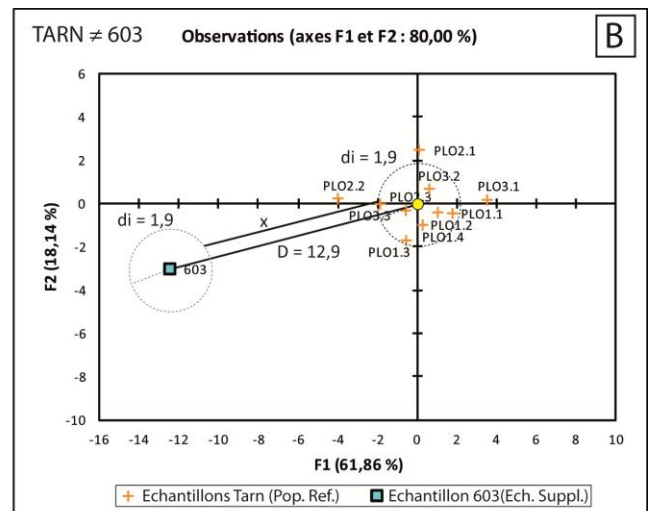
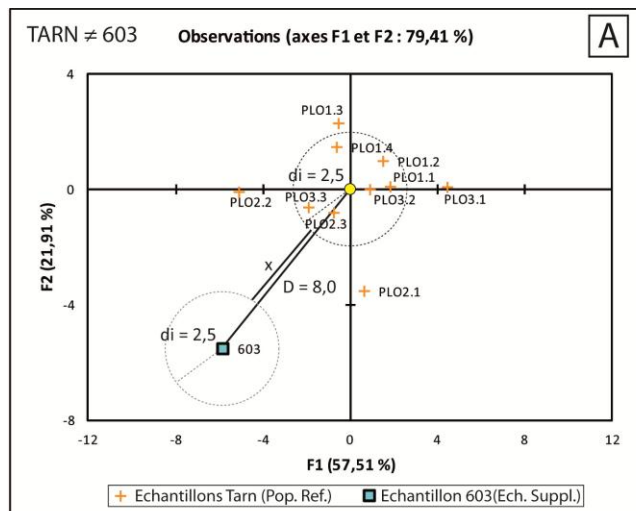
8). Ces variables, dans le *Chapitre 1*, correspondaient principalement à des variables de cas A et pour certaines de cas B. Les variables qui contribuent le plus sur F1 et F2 sont des cas A dont les écarts de valeurs étaient parmi les plus importants (Tableau 7). La distance relative, définie par x/D qui quantifie l'écart entre la population et l'échantillon est égale dans ce cas à 37,5%. Elle suggère que l'échantillon 603 ne correspond pas à une pierre de construction de type granit gris Silverstar du Tarn (calculs détaillés dans la partie 2.1 et dans l'Annexe AIV).

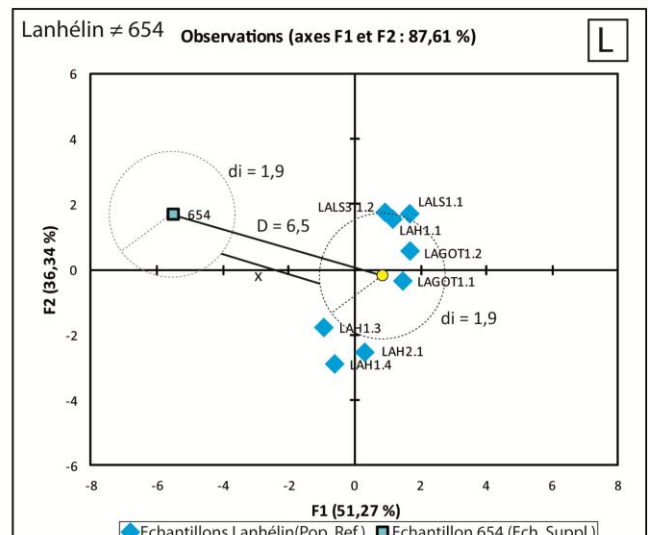
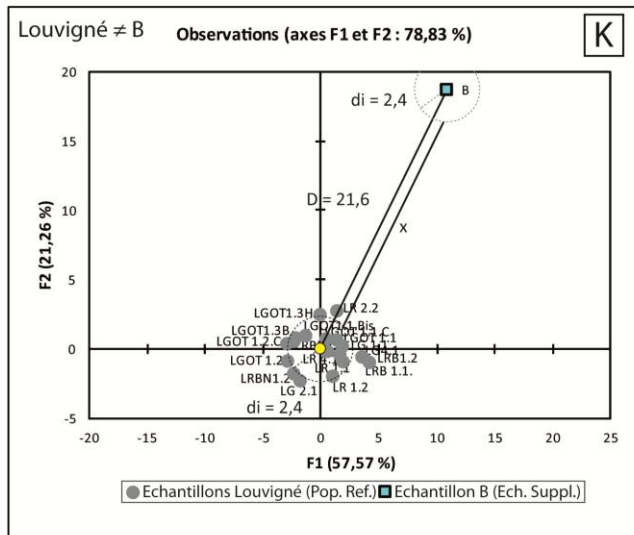
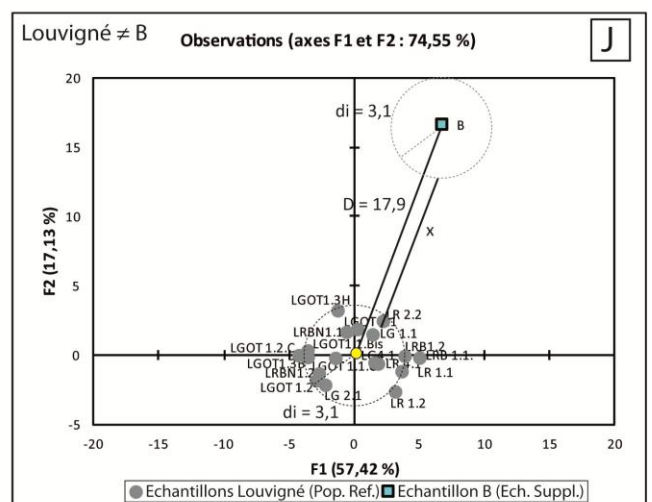
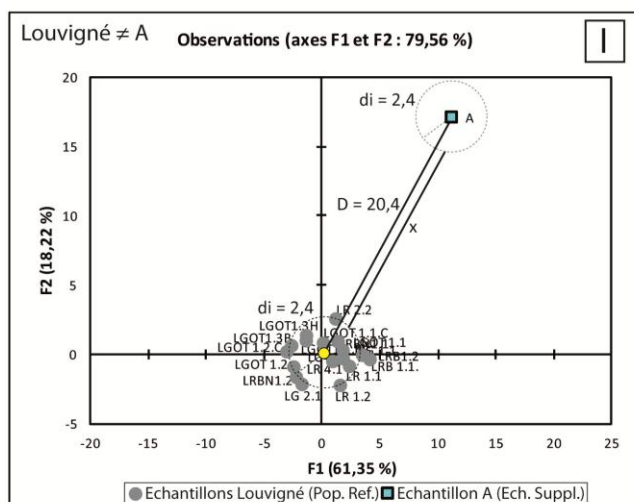
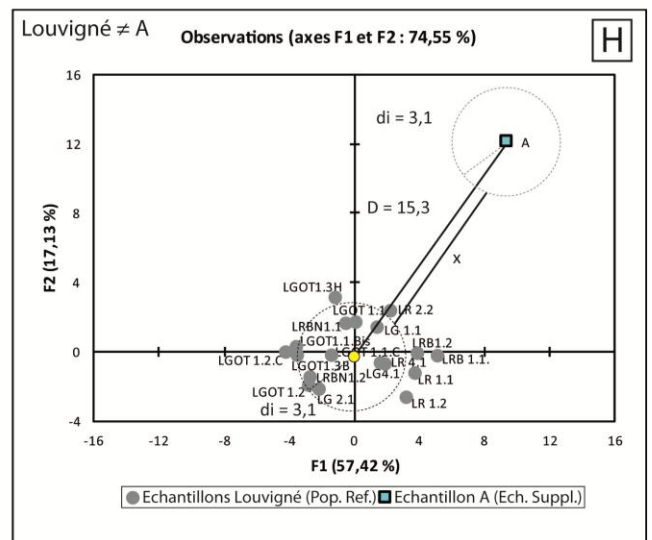
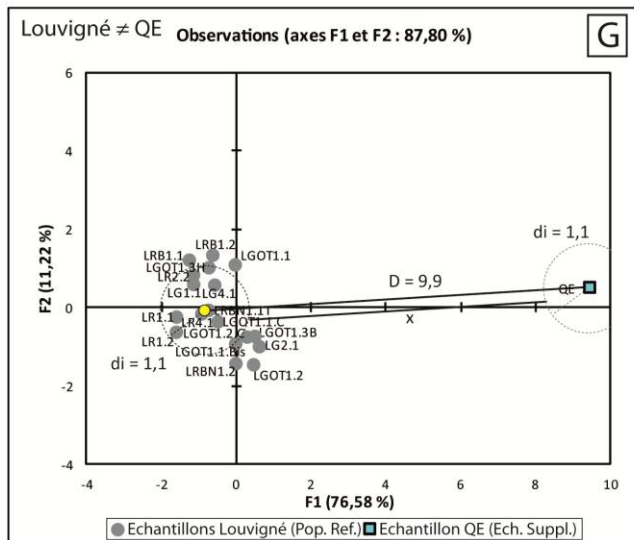
Dissimilarité Tarn					
Variables 603	F1 (%)	F2 (%)	Variables 603	F1 (%)	F2 (%)
Felds. Alcalin	8,5	2,9	Felds. Alcalin	11,8	14,9
Al ₂ O ₃	10,0	3,8	Eu	18,8	5,8
Be	0,5	38,8	Ta	16,1	19,4
Eu	13,4	1,9	Tb	22,6	5,8
Ta	9,3	16,8	Th	22,5	0,6
Tb	14,3	1,1	Hcr	8,2	53,6
Th	13,4	0,2			
Zn	15,2	0,9			
Zr	11,4	12,1			
Hcr	4,1	21,5			

Tableau 8 : Récapitulatif des variables pertinentes dans la comparaison Tarn/603 d'après les ACPs finales.

Conclusions :

Ces analyses statistiques confirment les conclusions du *Chapitre 1* concernant la comparaison du granit gris Silverstar du Tarn avec un échantillon d'un de ses analogues commerciaux étrangers. De plus, (1) cette discrimination est possible grâce à l'utilisation de traceurs - Feldspath Alcalin, Eu, Ta, Tb, Th et Hcr. (2) Ces variables avaient été déjà identifiées au *Chapitre 1*. (3) L'ACP met en évidence une liste réduite de variables modales, géochimiques et magnétiques discriminantes. Ces résultats suggèrent que ces variables soient particulièrement pertinentes pour différencier certains granits chinois du Silverstar du Tarn.





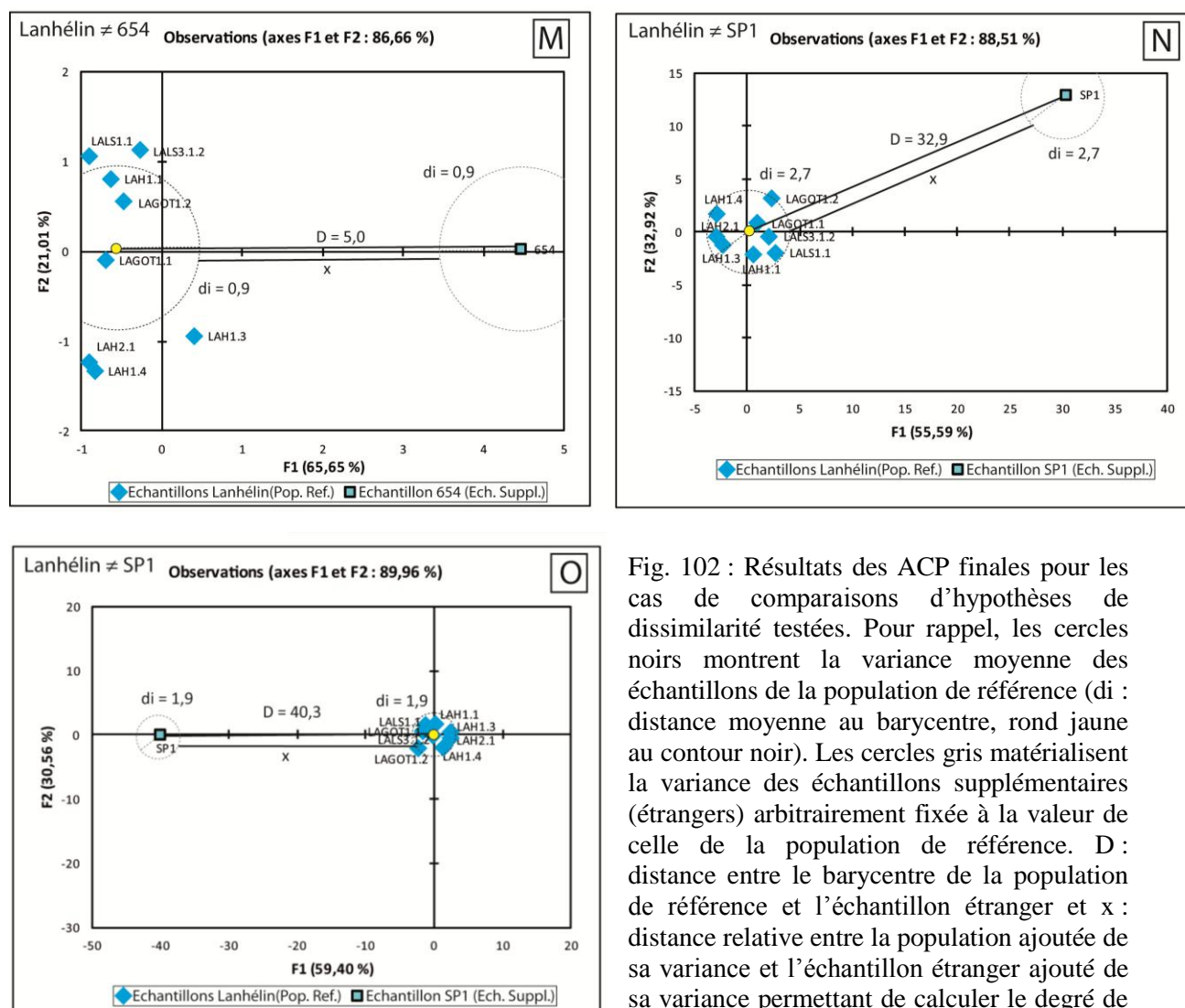


Fig. 102 : Résultats des ACP finales pour les cas de comparaisons d'hypothèses de dissimilarité testées. Pour rappel, les cercles noirs montrent la variance moyenne des échantillons de la population de référence (d_i : distance moyenne au barycentre, rond jaune au contour noir). Les cercles gris matérialisent la variance des échantillons supplémentaires (étrangers) arbitrairement fixée à la valeur de celle de la population de référence. D : distance entre le barycentre de la population de référence et l'échantillon étranger et x : distance relative entre la population ajoutée de sa variance et l'échantillon étranger ajoutée de sa variance permettant de calculer le degré de confiance de l'hypothèse testée.

- Cas de comparaison La Clarté/Porriño

Les composantes principales F1 et F2 de cette ACP expliquent 93,2% de la variance totale et sont corrélées avec neuf variables (Fig. 102C et Tableau 9). L'échantillon Porriño (carré turquoise) s'écarte totalement de l'ensemble défini par les échantillons du granit rose de La Clarté (carrés roses ; Fig. 102C). Les neuf variables discriminantes pour la comparaison La Clarté/Porriño sont : Ba, Ce, Eu, Ho, Lu, Sn, Tm, V et Y. Elles sont toutes de nature géochimique (Tableau 9, Fig. 103C). La variable Lu est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (15,8%) et la variable Ba contribue à 34,5% sur l'axe F2. En comparant les variables identifiées grâce à l'ACP avec celles décrites dans le *Chapitre 2*, nous pouvons observer que toutes les variables pertinentes de l'ACP - Ba, Ce, Eu, Ho, Lu, Sn, Tm, V et Y- sont communes à la liste de variables discriminantes du *Chapitre 2*. L'utilisation de ces seules variables distingue l'échantillon Porriño du granit rose de La Clarté (Fig. 102C). Ces

variables, dans le *Chapitre 2*, correspondaient majoritairement à des variables de cas A et deux d'entre elles sont de cas B. Cependant, les variables de cas A retenues par l'ACP n'étaient pas les plus discriminantes dans le *Chapitre 2*.

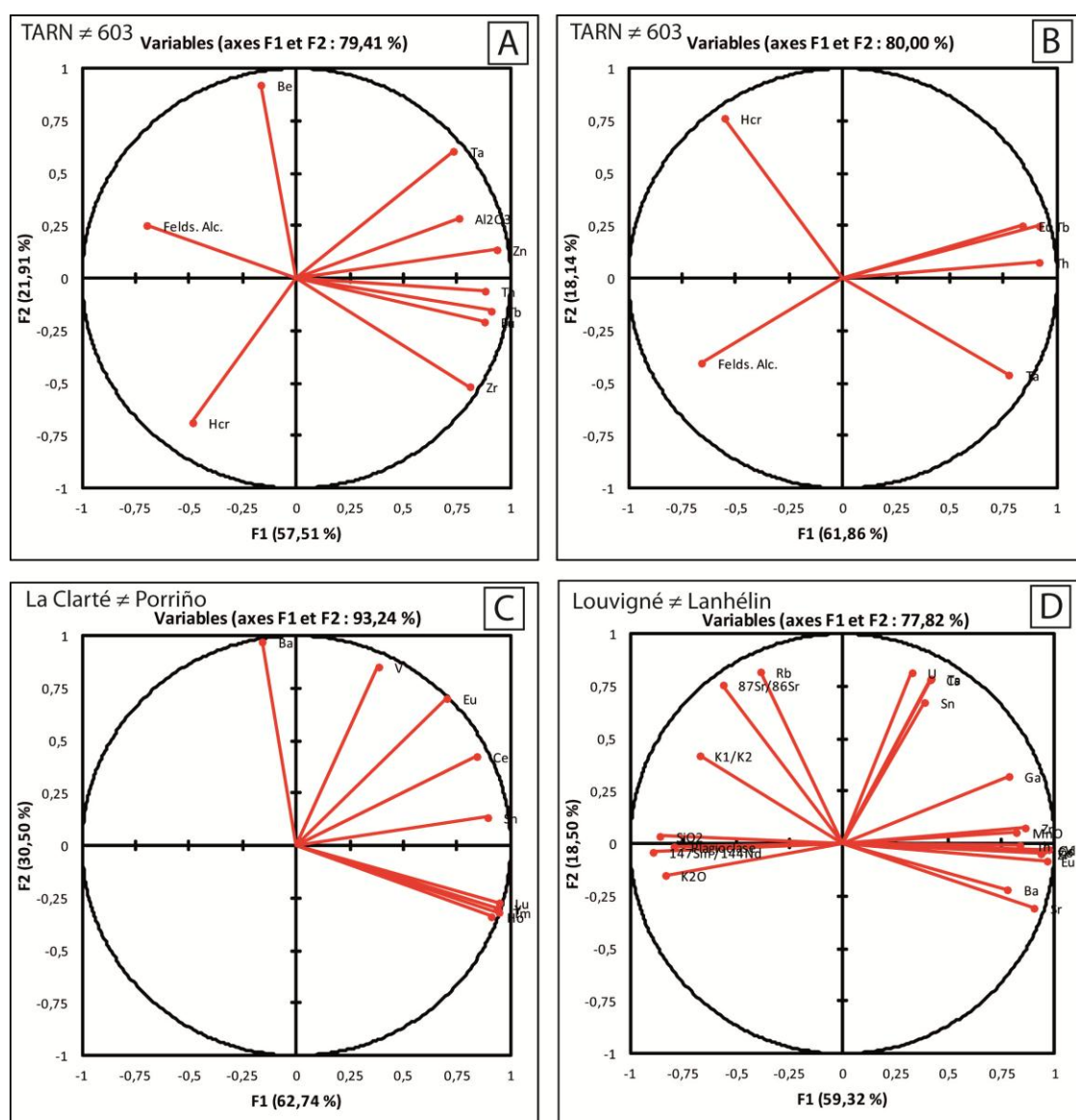
La distance relative entre les deux pierres est égale à 65%. L'ACP suggère que l'échantillon Porriño est différent d'une pierre de construction de type granit rose de La Clarté.

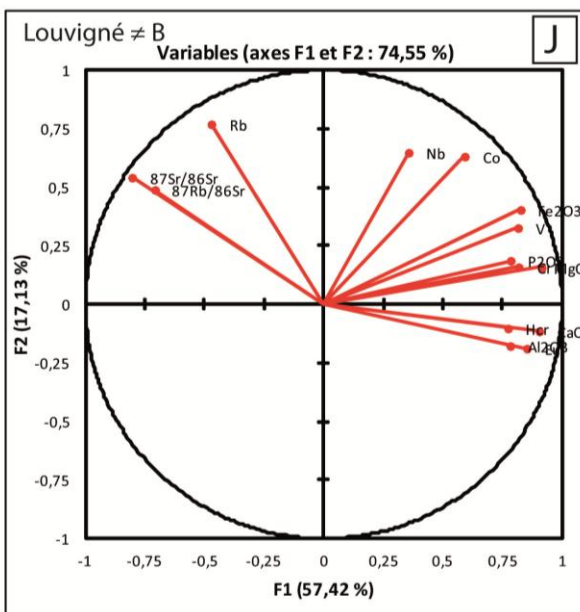
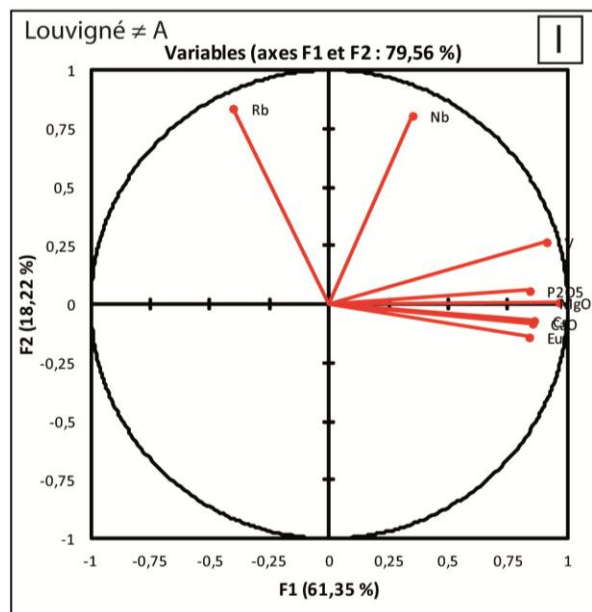
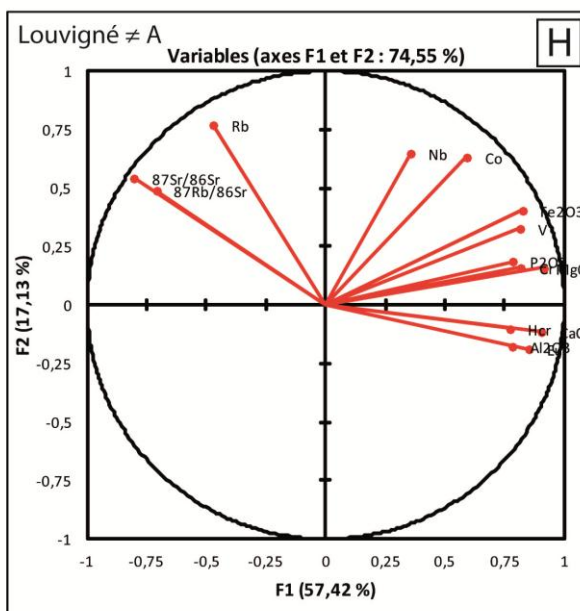
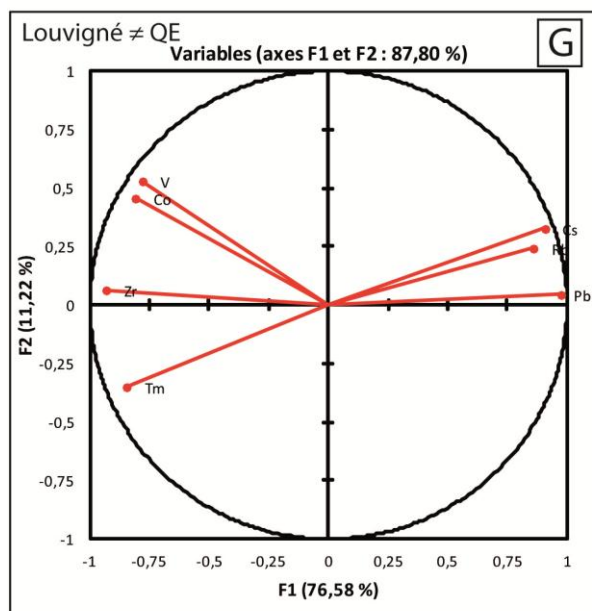
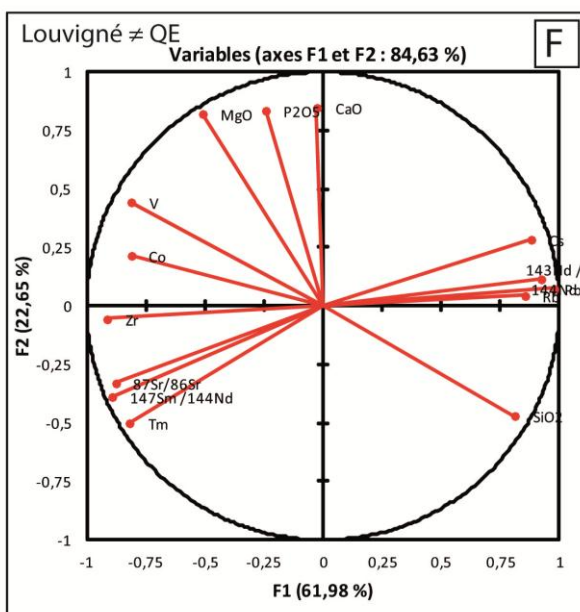
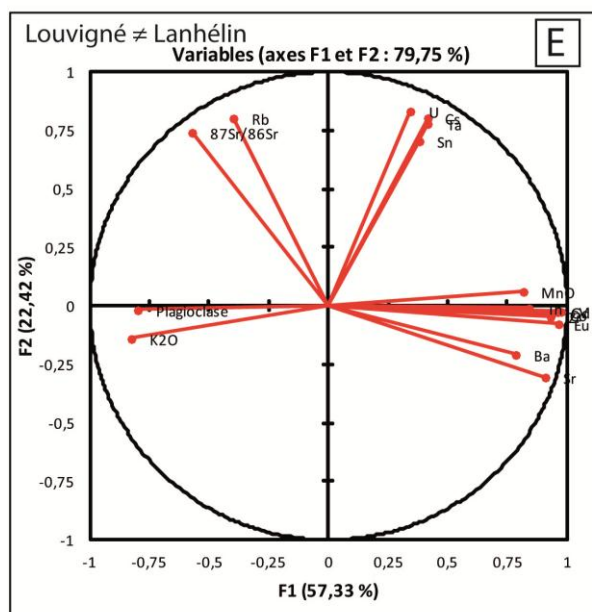
Dissimilarité La Clarté			
Variables Porriño	F1 (%)	F2 (%)	
Ba	0,5	34,5	
Ce	12,5	6,6	
Eu	8,7	18,0	
Ho	14,6	4,1	
Lu	15,8	2,7	
Sn	14,1	0,7	
Tm	15,8	3,6	
V	2,6	26,5	
Y	15,5	3,3	

Tableau 9 : Récapitulatif des variables pertinentes dans la comparaison la Clarté/Porriño d'après l'ACP finale.

Conclusions :

Grâce à l'analyse statistique sur les échantillons de La Clarté et Porriño, nous avons pu confirmer que l'utilisation des variables géochimiques permet de distinguer ces deux pierres de construction de différentes provenances. L'ACP met en évidence que les variables - Ba, Ce, Eu, Ho, Lu, Sn, Tm, V et Y- peuvent être pertinentes pour la distinction de l'échantillon Porriño de la population de référence du rose de La Clarté.





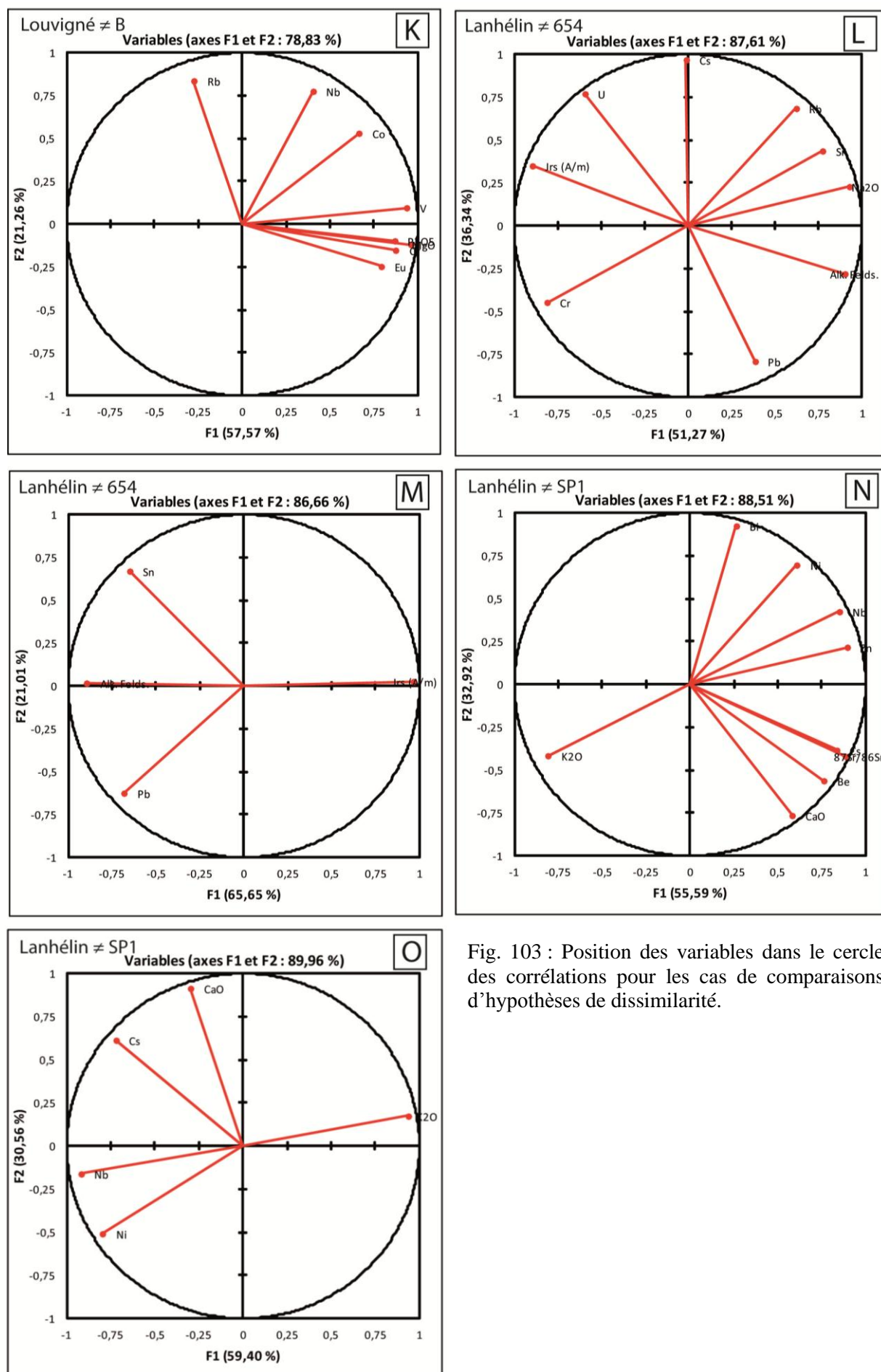


Fig. 103 : Position des variables dans le cercle des corrélations pour les cas de comparaisons d'hypothèses de dissimilarité.

- Cas de comparaison Louvigné/Lanhélin

Dans l'ACP finale de comparaison Louvigné/Lanhélin, les échantillons de Louvigné sont représentés par les ronds gris (Fig. 102D) et les échantillons de Lanhélin par les losanges bleus (Fig. 102D). F1 et F2 expliquent 77,8% de la variance totale et sont corrélées avec vingt deux variables (Fig. 102D, 103D et Tableau 10). Nous pouvons observer que les échantillons de Louvigné forment un premier groupe de points et que les échantillons de Lanhélin constituent un deuxième groupe de points. Ces deux groupes sont totalement distincts l'un de l'autre (Fig. 102D). Les vingt deux variables discriminantes pour cette comparaison Louvigné/Lanhélin regroupent des variables modales, géochimiques et magnétiques: Plagioclase, SiO₂, MnO, K₂O, Ba, Co, Cs, Eu, Ga, Gd, Rb, Sn, Sr, Ta, Th, U, V, Zn, Zr, ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr, ¹⁴⁷Sm/¹⁴⁴Nd et K₁/K₂ (Tableau 10, Fig. 103D). La variable V est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (7,2%) et la variable Rb contribue à 16,5% sur l'axe F2. La distance relative donnée par le rapport x/D est égale dans ce cas à 42,7%. D'après les résultats d'ACP, le granit gris de Louvigné et le granit bleu de Lanhélin, deux pierres de construction issues de deux intrusions d'un même batholithe, sont distincts.

En comparant les variables discriminantes identifiées grâce à l'ACP (Fig. 102D, 103D et Tableau 10) avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, nous pouvons observer que la plupart des variables retenues par l'ACP -Plagioclase, MnO, K₂O, Cs, Rb, Ba, Th, U, Ta, Sr, Zr, Sn, Eu, Gd, V, Co et ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr- sont communes à la liste de variables discriminantes du *Chapitre 3*. Les autres variables (SiO₂, Ga, Zn, ¹⁴⁷Sm/¹⁴⁴Nd et K₁/K₂) sont des variables dont les valeurs sont en recouvrement et communes aux deux granits du batholite mancellien.

Une ACP supplémentaire utilisant seulement les variables discriminantes communes aux deux traitements de données (Fig. 102E, 103E, Tableau 10), montre que l'utilisation des seules variables Plagioclase, MnO, K₂O, Cs, Rb, Ba, Th, U, Ta, Sr, Zr, Sn, Eu, Gd, V, Co et ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr distingue aussi ces deux granits bretons. La distance relative x/D est égale à 37,3%. Cette valeur est plus petite que celle de la distance relative calculée dans la première ACP (42,7%). Cette diminution d'écart entre les deux pierres de construction pourrait s'expliquer par le fait que toutes les variables - Plagioclase, MnO, K₂O, Cs, Rb, Ba, Th, U, Ta, Sr, Zr, Sn, Eu, Gd, V, Co et ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr- correspondaient à des variables de cas de B dans le *Chapitre 3*. Les écarts entre les valeurs de ces variables sont plus petits que ceux des valeurs de variables de cas A non présentes dans cette comparaison statistique.

Un troisième test a été effectué en ajoutant à la liste de ces 17 variables de cas B la variable qualitative discriminante « Nature du feldspath alcalin » dans le modèle d'ACP. Les variables

d'entrée d'une ACP doivent être quantitatives. Donc, il faut transposer cette variable qualitative en valeurs différentes pour le feldspath alcalin « Orthose » et le feldspath alcalin « Microcline ». Ces valeurs ont été fixées arbitrairement à 2 et 4, respectivement. La différence chiffrée entre ces valeurs ne change pas les résultats de l'ACP. Les échantillons de Louvigné possèdent donc tous une valeur égale à 2 dans le tableau et les échantillons de Lanhélin une valeur de 4. La distance x/D qui sépare les deux populations d'échantillons devient 41,1%. Elle augmente légèrement par rapport à l'ACP précédente, les populations sont plus distinctes. Son poids relatif dans le modèle d'ACP permet de mieux discriminer les deux populations de Lanhélin et de Louvigné.

Dissimilarité Louvigné/Lanhélin

Variables Lv/Lh	F1 (%)	F2 (%)	Variables Lv/Lh	F1 (%)	F2 (%)
Plagioclase	4,8	0,0	Plagioclase	6,6	0,0
SiO ₂	5,7	0,0	MnO	6,8	0,1
MnO	5,1	0,1	K ₂ O	7,0	0,5
K ₂ O	5,3	0,5	Ba	6,3	1,1
Ba	4,6	1,2	Co	8,9	0,0
Co	6,8	0,0	Cs	1,8	17,0
Cs	1,3	15,1	Eu	9,5	0,2
Eu	7,1	0,2	Gd	9,4	0,0
Ga	4,7	2,6	Rb	1,6	16,9
Gd	7,0	0,0	Sn	1,5	13,1
Rb	1,1	16,5	Sr	8,4	2,4
Sn	1,1	11,2	Ta	1,8	16,0
Sr	6,2	2,3	Th	7,2	0,0
Ta	1,3	15,2	U	1,2	18,2
Th	5,3	0,0	V	9,7	0,0
U	0,8	16,4	Zr	8,8	0,1
V	7,2	0,0	⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	3,4	14,4
Zn	5,7	0,1			
Zr	6,7	0,1			
⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	2,4	14,1			
¹⁴⁷ Sm / ¹⁴⁴ Nd	6,1	0,0			
K ₁ /K ₂	3,5	4,4			

Tableau 10 : Récapitulatif des variables pertinentes dans la comparaison Louvigné/Lanhélin d'après les deux ACPs finales.

Conclusions :

Ces analyses statistiques confirment les conclusions du Chapitre 3 concernant la comparaison du granit gris bleu de Louvigné avec le granit bleu de Lanhélin. (1) Cette discrimination est possible grâce à l'utilisation des traceurs - Plagioclase, MnO, K₂O, Cs, Rb, Ba, Th, U, Ta, Sr, Zr, Sn, Eu, Gd, V, Co et ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr. (2) Ces variables avaient déjà été identifiées dans le *Chapitre 3*. (3) L'ACP permet d'obtenir une liste réduite de variables modales et géochimiques discriminantes.

- Cas de comparaison Louvigné/Analogues étrangers commerciaux (QE, A, B)

Dans la comparaison Louvigné/QE, les composantes principales F1 et F2 expliquent 84,6% de la variance totale et sont corrélées avec quatorze variables (Fig. 102F, 103F et Tableau 11). Pour les échantillons A et B, F1 et F2 expliquent 74,6% de la variance totale et sont corrélées avec quatorze autres variables (Fig. 102H, 103H, 102J, 103J et Tableau 11). Nous pouvons observer que les échantillons QE, A et B (carrés turquoises) s'écartent clairement de l'ensemble défini par les échantillons du granit gris bleu de Louvigné (ronds gris ; Fig. 102F, 102H, 102J). Les quatorze variables retenues par l'ACP pour la comparaison Louvigné/QE sont : SiO₂, MgO, CaO, P₂O₅, Co, Cs, Pb, Rb, Tm, V, Zr, ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr, ¹⁴⁷Sm/¹⁴⁴Nd et ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd (Tableau 11, Fig. 103F). Ce ne sont que des variables géochimiques. La variable Pb est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (10,9%) et la variable CaO contribue à 22,7% sur l'axe F2. La distance relative donnée par le rapport x/D est égale à 71,2%. D'après les résultats d'ACP, l'échantillon QE ne correspond pas à une pierre de construction de type granit gris bleu de Louvigné (Fig. 102F). En comparant ces variables retenues par l'ACP Louvigné/QE avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, nous pouvons observer que la moitié d'entre elles, c'est-à-dire Cs, Rb, Pb, Zr, Tm, V et Co, sont communes aux deux listes de variables discriminantes. Une nouvelle ACP utilisant uniquement les variables communes aux deux listes discriminantes indique que l'utilisation de ces seules variables Cs, Rb, Pb, Zr, Tm, V et Co différencie l'échantillon QE du granit gris bleu de Louvigné (Fig. 102G). Toutes ces variables correspondaient à des variables de cas A dans le *Chapitre 3*. La distance relative, x/D, est égale dans ce cas à 78,8% (Fig. 103G, Tableau 11). Elle diminue légèrement.

Dissimilarité Louvigné																	
Variables QE	F1 (%)	F2 (%)	Variables QE	F1 (%)	F2 (%)	Variables A	F1 (%)	F2 (%)	Variables A	F1 (%)	F2 (%)	Variables B	F1 (%)	F2 (%)	Variables B	F1 (%)	F2 (%)
SiO ₂	7,6	6,9	Co	12,3	26,6	Al ₂ O ₃	7,6	1,3	MgO	18,9	0,0	Al ₂ O ₃	7,6	1,3	MgO	19,9	0,8
MgO	3,0	21,3	Cs	15,3	13,6	Fe ₂ O ₃	8,5	6,8	CaO	14,8	0,4	Fe ₂ O ₃	8,5	6,8	P ₂ O ₅	16,3	0,5
CaO	0,0	22,7	Pb	17,7	0,3	MgO	10,4	1,1	P ₂ O ₅	14,4	0,2	MgO	10,4	1,1	Co	9,5	16,6
P ₂ O ₅	0,7	22,0	Rb	13,7	7,6	CaO	10,1	0,5	Cr	15,0	0,3	CaO	10,1	0,5	Cr	16,5	1,3
Co	7,6	1,5	Tm	13,4	15,5	P ₂ O ₅	7,6	1,5	Eu	14,3	1,3	P ₂ O ₅	7,6	1,5	Eu	13,6	3,6
Cs	8,9	2,6	V	11,4	35,9	Co	4,3	16,7	Nb	2,5	44,7	Co	4,3	16,7	Nb	3,5	35,4
Pb	11,0	0,2	Zr	16,3	0,5	Cr	8,3	1,1	Rb	3,3	48,1	Cr	8,3	1,1	Rb	1,7	41,2
Rb	8,4	0,1				Eu	9,0	1,5	V	16,9	4,9	Eu	9,0	1,5	V	19,0	0,5
Tm	7,7	7,9				Nb	1,6	17,6				Nb	1,6	17,6			
V	7,6	6,2				Rb	2,8	24,8				Rb	2,8	24,8			
Zr	9,6	0,1				V	8,2	4,5				V	8,2	4,5			
⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	8,9	3,4				⁸⁷ Rb/ ⁸⁶ Sr	6,3	10,0				⁸⁷ Rb/ ⁸⁶ Sr	6,3	10,0			
¹⁴⁷ Sm/ ¹⁴⁴ Nd	9,2	4,7				⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	8,1	12,3				⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	8,1	12,3			
¹⁴³ Nd/ ¹⁴⁴ Nd	9,8	0,4				Hcr	7,4	0,4				Hcr	7,4	0,4			

Tableau 11 : Récapitulatif des variables pertinentes dans les comparaisons Louvigné versus granits analogues étrangers QE, A et B d'après les ACPs finales.

Les quatorze variables retenues par l'ACP Louvigné/A sont exactement les mêmes que celles retenues dans l'ACP Louvigné/B, c'est-à-dire : Al₂O₃, Fe₂O₃, MgO, CaO, P₂O₅, Co, Cr, Eu, Nb, Rb, V, ⁸⁷Rb/⁸⁶Sr, ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr et Hcr (Tableau 11, Fig. 103H, 103J). Ce sont des variables géochimiques et magnétiques. La variable MgO est celle qui contribue le plus sur les deux axes F1 (10,3%) et la variable Rb contribue à 24,8% sur les deux axes F2. La distance relative est égale à 59,8% dans le cas Louvigné/A et à 65,8% pour Louvigné/B. Les résultats d'ACP suggèrent que les échantillons A et B ne correspondent pas à une pierre de construction de type granit gris bleu de Louvigné.

En comparant ces variables retenues par l'ACP Louvigné/A avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, les variables MgO, CaO, P₂O₅, Cr, Eu, Nb, Rb et V sont communes aux deux listes de variables discriminantes. Ces variables correspondaient à des variables de cas A et B. Les autres variables étaient des variables dont les valeurs sont en recouvrement et communes aux deux granits. Une nouvelle ACP basée sur l'utilisation de cette dernière liste de variables (Fig. Fig. 102I, 103I, Tableau 11) suggère aussi que l'échantillon A ne corresponde pas à une pierre de construction de type granit gris bleu de Louvigné. Les variables qui contribuent le plus sur F1 et F2 sont des variables de cas A dont les écarts de valeurs étaient parmi les plus importants (Tableau 11). La distance relative, x/D, qui quantifie l'écart entre la population et l'échantillon est égale dans ce cas à 76,5%. La suppression de variables de cas C (recouvrement des valeurs) permet d'augmenter l'écart entre ces deux pierres.

De la même manière, la comparaison des variables retenues par l'ACP Louvigné/B avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, permet d'observer que seules les variables de cas A et B, MgO, P₂O₅, Co, Cr, Eu, Nb, Rb, V, sont communes aux deux listes de variables

discriminantes. Les variables non communes sont des variables de cas C. Une nouvelle ACP basée sur l'utilisation des variables MgO, P₂O₅, Co, Cr, Eu, Nb, Rb, V montre aussi que l'échantillon B est distinct du granit gris bleu de Louvigné (Fig. 102K, 103I, Tableau 11). Les variables qui contribuent le plus sur F1 et F2 sont des variables de cas A dont les écarts de valeurs étaient parmi les plus importants (Tableau 11). La distance relative, x/D , qui quantifie l'écart entre la population et l'échantillon est égale dans ce cas à 78,7%. La suppression de variables de cas C (recouvrement des valeurs) permet d'augmenter l'écart entre ces deux pierres dans l'espace F1 et F2.

Conclusions :

Les résultats de ces analyses statistiques sont en accord avec les conclusions du *Chapitre 3* concernant les comparaisons du granit gris bleu de Louvigné avec les analogues commerciaux étrangers QE, A et B. (1) Les discriminations sont possibles grâce à l'utilisation de traceurs – Pour QE = Cs, Rb, Pb, Zr, Tm, V et Co, pour A = MgO, CaO, P₂O₅, Cr, Eu, Nb, Rb et V et pour B = MgO, P₂O₅, Co, Cr, Eu, Nb, Rb et V. (2) Les ACPs mettent en évidence plusieurs listes réduites de variables géochimiques. A chaque cas de comparaison est associée une liste de variables discriminantes. Ces résultats suggèrent que ces variables puissent être parmi les plus pertinentes pour différencier les granits de provenance différente (Chine et Portugal) du gris bleu de Louvigné.

- Cas de comparaison Lanhélin/Analogues étrangers commerciaux (654 et SP1)

Dans les deux cas de comparaison Lanhélin/654 et Lanhélin/SP1, les composantes principales F1 et F2 expliquent 87,6% et 88,5%, respectivement, de la variance totale et sont corrélées avec neuf variables (Fig. 102L, 102N, 103L, 103N et Tableau 12). Nous pouvons observer que les échantillons 654 et SP1 (carrés turquoises) s'écartent clairement de l'ensemble défini par les échantillons du granit bleu de Lanhélin (losanges bleus ; Fig. 102L).

Les neuf variables retenues par l'ACP Lanhélin/654 sont des variables modales, géochimiques et magnétiques, c'est-à-dire : Feldspath Alcalin, Na₂O, Cr, Cs, Pb, Rb, Sn, U et Jrs (Tableau 12, Fig. 103L). La variable Na₂O est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (18,6%) et la variable Cs contribue à 28,7% sur l'axe F2. Le calcul de la distance relative donnée par le rapport x/D , donne un résultat de 40,7%. L'ACP suggère que l'échantillon 654 ne corresponde pas à une pierre de construction de type granit bleu de Lanhélin. En comparant ces variables retenues pour la comparaison entre le granit bleu de Lanhélin et l'échantillon 654 avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, nous pouvons observer que la moitié d'entre elles -Feldspath Alcalin, Pb, Sn et Jrs- sont communes aux deux listes de variables

discriminantes. Ces variables correspondaient à des variables de cas A et B. Les variables non communes sont des variables dont les valeurs sont en recouvrement. Une ACP supplémentaire utilisant les variables communes indique que les variables -Feldspath Alcalin, Pb, Sn et Jrs- distinguent l'échantillon 654 du granit bleu de Lanhélin (Fig. 102M, 103M, Tableau 12). Les variables qui contribuent le plus sur F1 et F2 sont des variables de cas A. Cependant, ces variables de cas A n'étaient pas les plus discriminantes dans le *Chapitre 3*. La distance relative, x/D , qui quantifie l'écart entre la population et l'échantillon est égale dans ce cas 60,9%. Cet écart augmente significativement.

Dissimilarité Lanhélin

Variables 654	F1 (%)	F2 (%)	Variables 654	F1 (%)	F2 (%)	Variables SP1	F1 (%)	F2 (%)	Variables SP1	F1 (%)	F2 (%)
Felds. Alc.	17,6	2,4	Felds. Alc.	30,7	0,0	CaO	6,7	19,7	CaO	3,0	54,7
Na ₂ O	18,6	1,6	Pb	17,8	46,3	K ₂ O	13,1	5,8	K ₂ O	29,5	2,0
Cr	14,3	6,1	Sn	16,1	53,5	Be	11,6	10,6	Cs	17,5	24,7
Cs	0,0	28,7	Jrs	35,4	0,1	Bi	1,4	28,9	Nb	28,5	1,7
Pb	3,2	19,1				Cs	13,9	5,0	Ni	21,5	16,9
Rb	8,4	14,4				Nb	14,4	6,1			
Sn	12,9	5,8				Ni	7,3	16,4			
U	7,6	18,2				Zn	16,0	1,6			
Jrs	17,4	3,8				⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	15,6	5,9			

Tableau 12 : Récapitulatif des variables pertinentes dans les comparaisons Lanhélin versus granits analogues étrangers 654 et SP1 d'après les ACPs finales.

Les neuf variables retenues par l'ACP Lanhélin/SP1 sont uniquement des variables géochimiques : CaO, K₂O, Be, Bi, Cs, Nb, Ni, Zn et ⁸⁷Sr/⁸⁶Sr (Fig. 103N, Tableau 12). La variable Zn est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (15,9%) et la variable Bi contribue à 28,9% sur l'axe F2 (Fig. 103N, Tableau 12). D'après l'ACP, l'échantillon SP1 ne correspond pas à une pierre de construction de type granit bleu de Lanhélin. L'écart x/D entre les deux granits est égal à 83,6% (Fig. 102N). En comparant ces variables retenues par l'ACP avec celles décrites dans le *Chapitre 3*, nous pouvons observer que seules les variables CaO, K₂O, Cs, Nb et Ni sont communes aux deux listes de variables discriminantes. Une ACP supplémentaire avec ces variables montre aussi que l'utilisation des variables CaO, K₂O, Cs, Nb et Ni permet de discriminer l'échantillon SP1 et le granit bleu de Lanhélin (Fig. 102O, 103O et Tableau 12). Ces variables, dans le *Chapitre 3*, correspondaient principalement à des variables de cas A et B. Les variables qui contribuent le plus sur F1 et F2 sont des variables de cas A. Cependant, même si les variables de cas A retenues par l'ACP n'étaient pas les plus

discriminantes dans le *Chapitre 3*, la distance relative, x/D , qui quantifie l'écart entre la population et l'échantillon devient dans ce cas 90,2%.

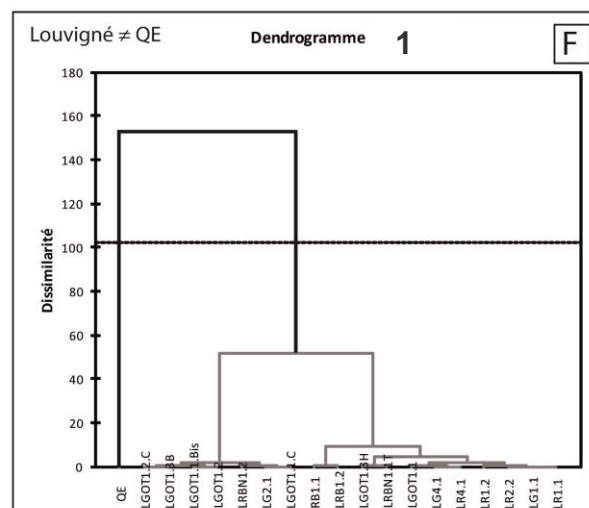
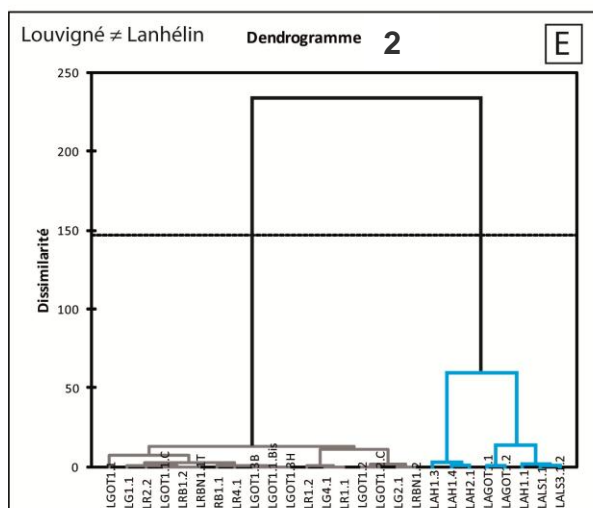
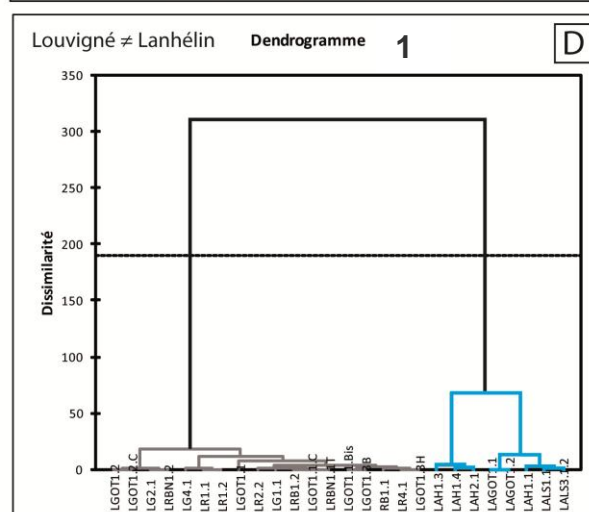
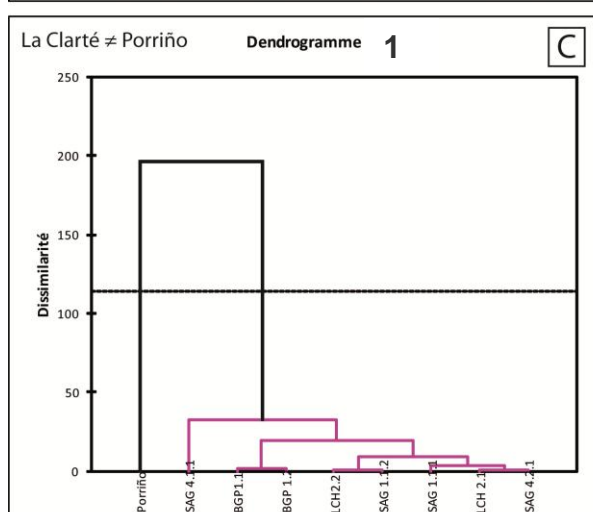
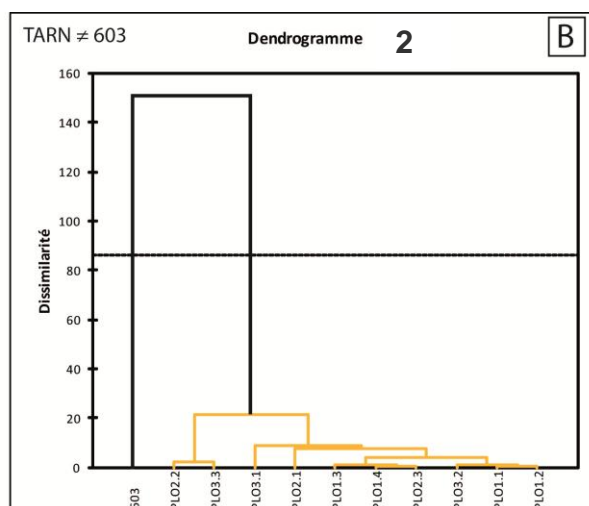
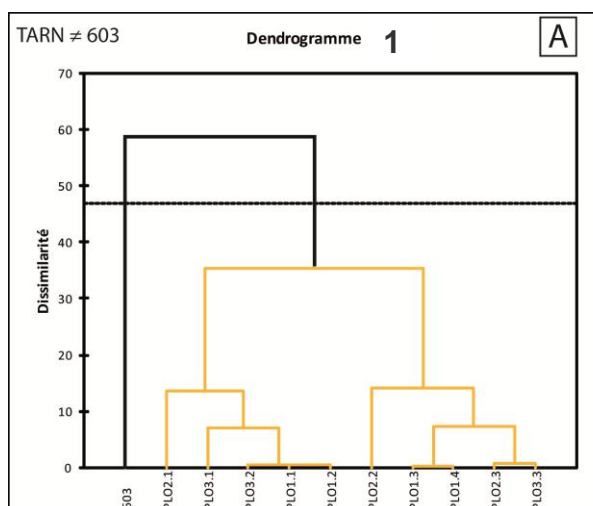
Conclusions :

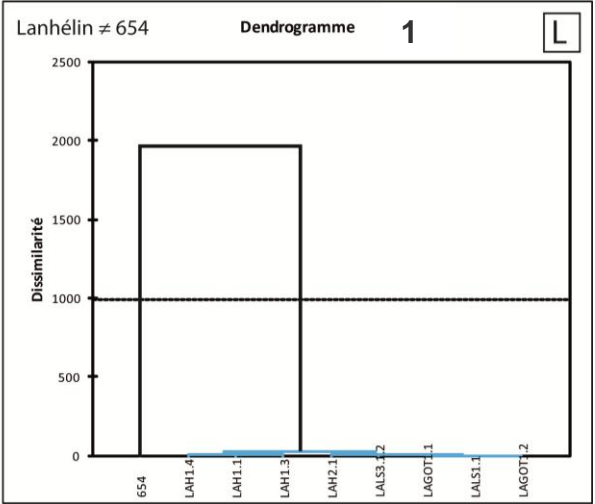
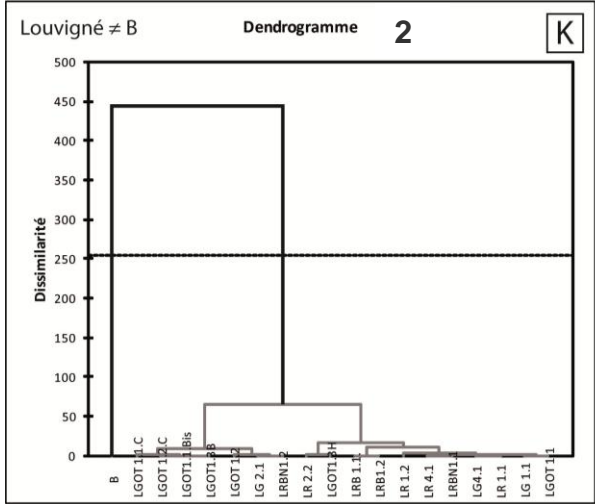
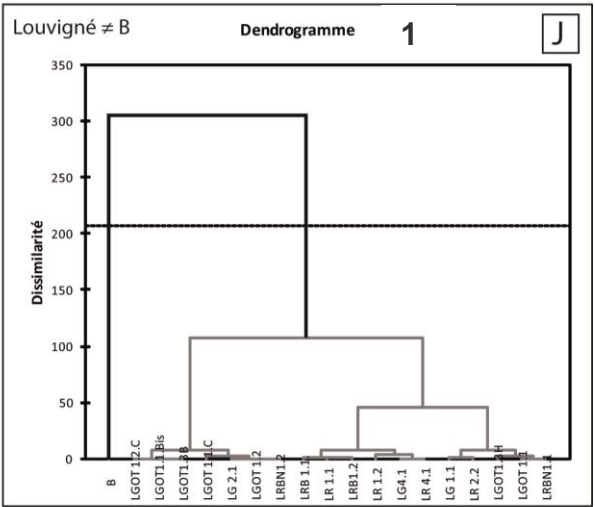
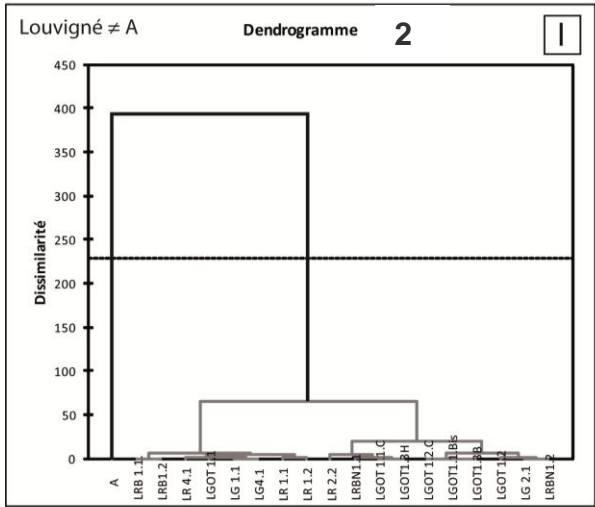
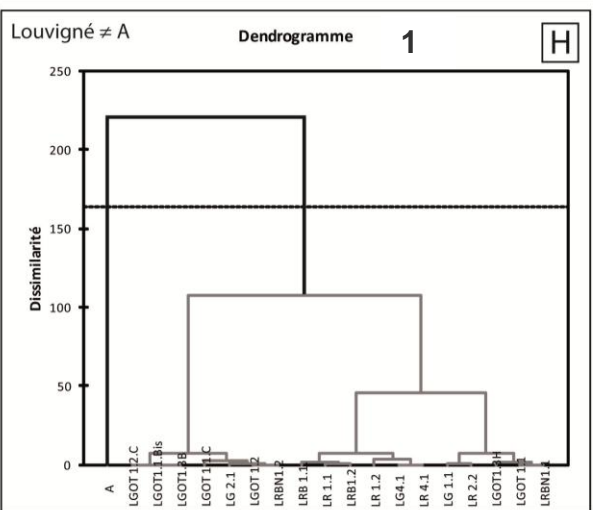
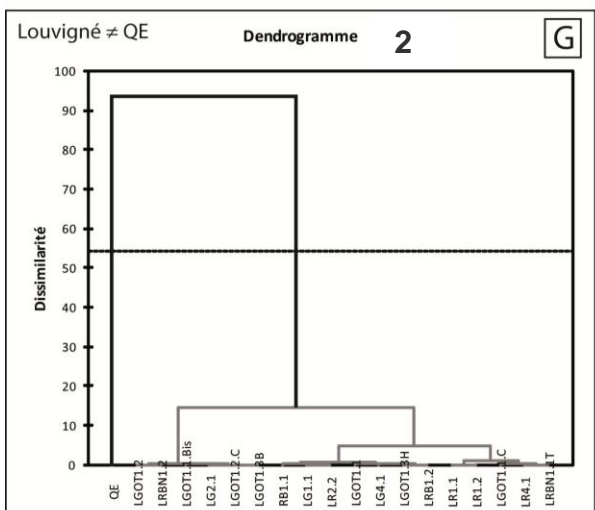
Ces analyses statistiques confirment les conclusions du *Chapitre 3* concernant la comparaison du granit bleu de Lanhélin avec l'échantillon 654 et avec l'échantillon SP1. (1) La discrimination Lanhélin/654 est possible grâce à l'utilisation des traceurs discriminants - Feldspath Alcalin, Pb, Sn et Jrs. Les traceurs pour la discrimination Lanhélin/SP1 sont CaO, K₂O, Cs, Nb et Ni. Ces variables avaient déjà été identifiées au *Chapitre 3*. (2) Les ACPs mettent en évidence des listes réduites de variables modales, et géochimiques. Ces résultats suggèrent que ces variables puissent être particulièrement pertinentes pour différencier certains granits étrangers (Chine et Espagne) du bleu de Lanhélin.

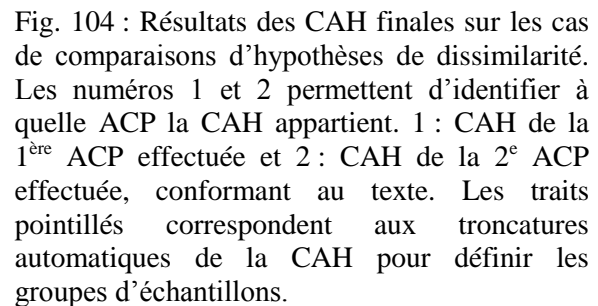
2.2.2. Classifications Ascendantes Hiérarchiques (CAH)

Les résultats mis en évidence dans les différentes ACPs effectuées précédemment sont confirmées par les CAHs. Les classifications effectuées dans chaque cas de dissimilarité sont présentées dans la Fig. 104. Sur les dendrogrammes, tous les échantillons se positionnent à l'extérieur des classes définies par les quatre populations d'échantillons de référence. De plus, la CAH concernant Louvigné/Lanhélin (Fig. 104D) met en évidence les deux classes distinctes correspondant aux deux granits issus du même batholithe (Fig. 102D, 102E).

Nous allons maintenant effectuer une ACP sur l'ensemble de nos données de pierres de construction de type granitique. Elle a pour but d'identifier la liste des variables permettant à la fois de vérifier la cohérence au sein des populations de référence (échantillons erratiques inclus) et la différence avec les échantillons étrangers (et avec P1). Une dernière comparaison statistique avec un échantillon du granit de Huelgoat, une autre pierre de construction bretonne, est aussi effectuée.







Tous les échantillons des quatre populations de références (Tarn, La Clarté, Louvigné et Lanhélin) se regroupent en ensembles bien distincts. Les échantillons sélectionnés dans les carrières exploitant une pierre de construction sont représentatifs de la pierre de construction en question. Une pierre de construction est homogène sur l'ensemble des carrières d'où elle provient, c'est-à-dire à l'échelle d'une « intrusion commercialisée ». Aucune carrière ne possède une signature spécifique.

précédemment, de retrouver la provenance de pierres de construction en vérifiant les hypothèses de similarité.

L'échantillon P1 se positionne à l'extérieur du groupe de La Clarté ; ce qui confirme qu'il n'est pas une pierre de construction type rose de La Clarté. De même, tous les échantillons correspondant aux analogues commerciaux étrangers diffèrent clairement des ensembles définis par les échantillons des populations de référence (Fig. 105).

Les 37 variables retenues par l'ACP pour cette comparaison sont : Quartz, Feldspath Alcalin, Plagioclase, SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O , P_2O_5 , Ba, Be, Bi, Co, Cr, Cs, Eu, Ga, Ge, Nb, Pb, Rb, Sm, Sn, Sr, Ta, Tb, Th, U, V, Zn, Zr, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$, $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$ et K_1/K_2 (variables modales, géochimiques et magnétiques; Fig. 106 Tableau 13). La variable Ba est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (4,3%) et la variable Bi contribue à 10,4% sur l'axe F2. Ces résultats sont confirmés par la CAH (Fig. 107).

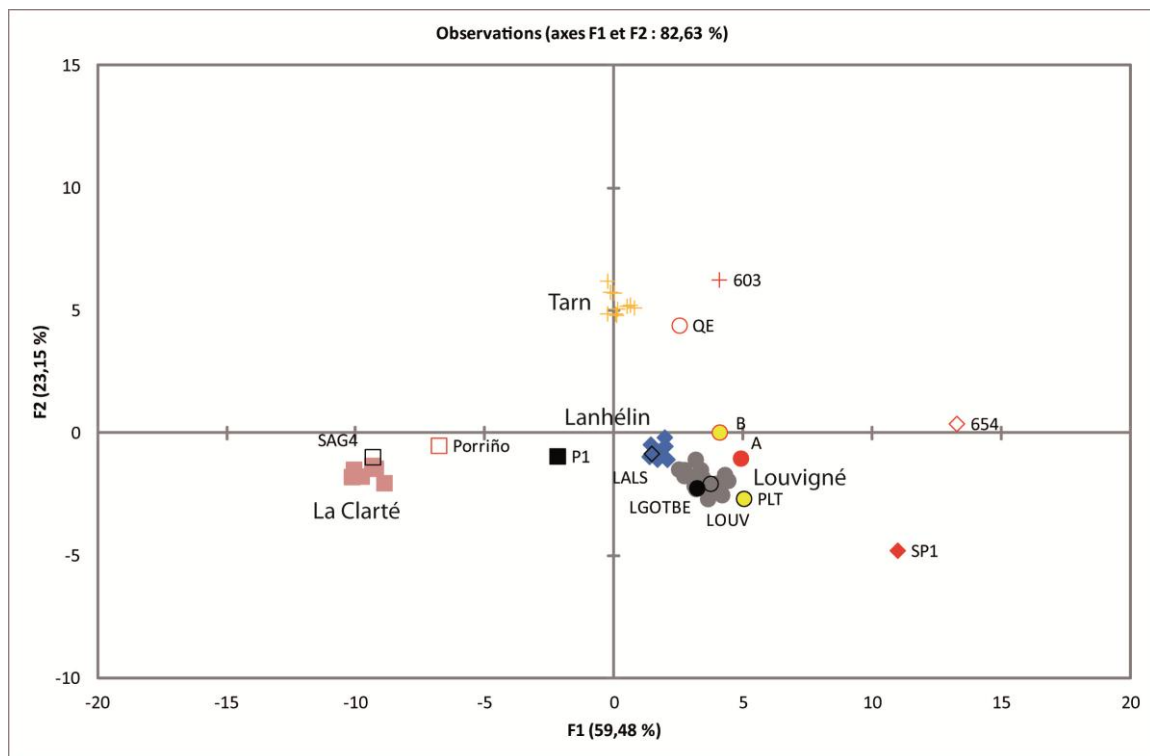


Fig. 105 : ACP finale sur l'ensemble des échantillons granitiques (57 échantillons pour 37 variables). Légende : Croix jaunes pour le granit Silverstar du Tarn, carrés roses pour le granit rose de La Clarté, ronds gris pour le granit gris bleu de Louvigné et losanges bleus pour le granit bleu de Lanhélin. Chaque échantillon erratique est représenté par le symbole de la population de référence à laquelle il est comparé avec un contour de couleur noire. De même, chaque échantillon étranger est représenté par le symbole de la population de référence à laquelle il est comparé, avec un contour de couleur rouge.

Variables	F1(%)	F2(%)
Quartz	0,912	0,005
F.Alcalin	3,920	0,344
F.Plagioclase	3,044	1,686
SiO ₂	3,983	0,965
Al ₂ O ₃	4,277	0,087
Fe ₂ O ₃	3,520	2,348
MnO	3,713	0,748
MgO	3,700	1,699
CaO	3,493	1,212
Na ₂ O	3,960	0,033
K ₂ O	3,972	0,421
P ₂ O ₅	2,549	4,117
Ba	4,345	0,108
Be	3,674	0,293
Bi	0,047	10,378
Co	3,560	2,131
Cr	2,553	3,918
Cs	1,816	3,578
Eu	0,096	4,471
Ga	0,136	1,745
Ge	1,070	2,885
Nb	3,248	0,001
Pb	2,739	3,804
Rb	4,238	0,024
Sm	2,590	3,794
Sn	1,208	7,473
Sr	2,520	3,345
Ta	0,054	9,071
Tb	1,421	5,689
Th	4,159	0,696
U	3,912	0,150
V	3,179	2,936
Zn	4,211	0,011
Zr	0,506	9,461
⁸⁷ Sr/ ⁸⁶ Sr	0,670	8,335
¹⁴⁷ Sm/ ¹⁴⁴ Nd	3,686	0,885
K ₁ /K ₂	3,322	1,153

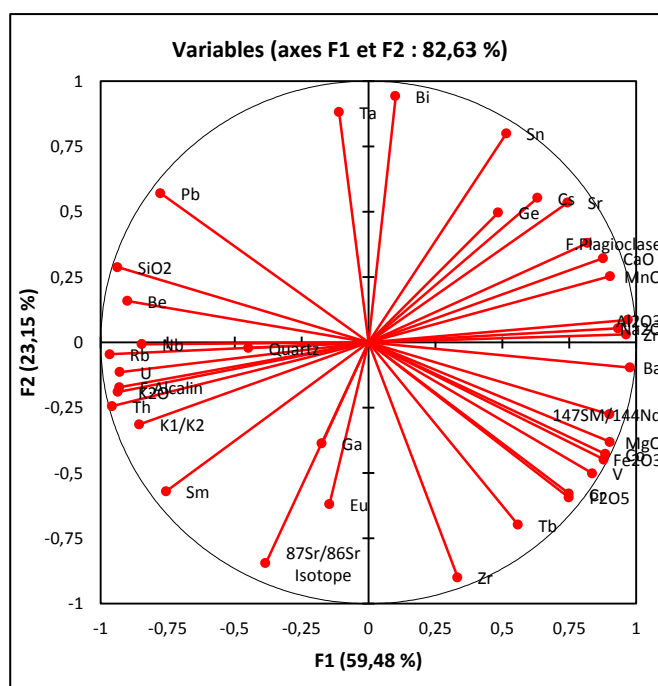


Tableau 13 et Fig. 106 : Récapitulatif des contributions des 37 variables sur les axes F1 et F2.

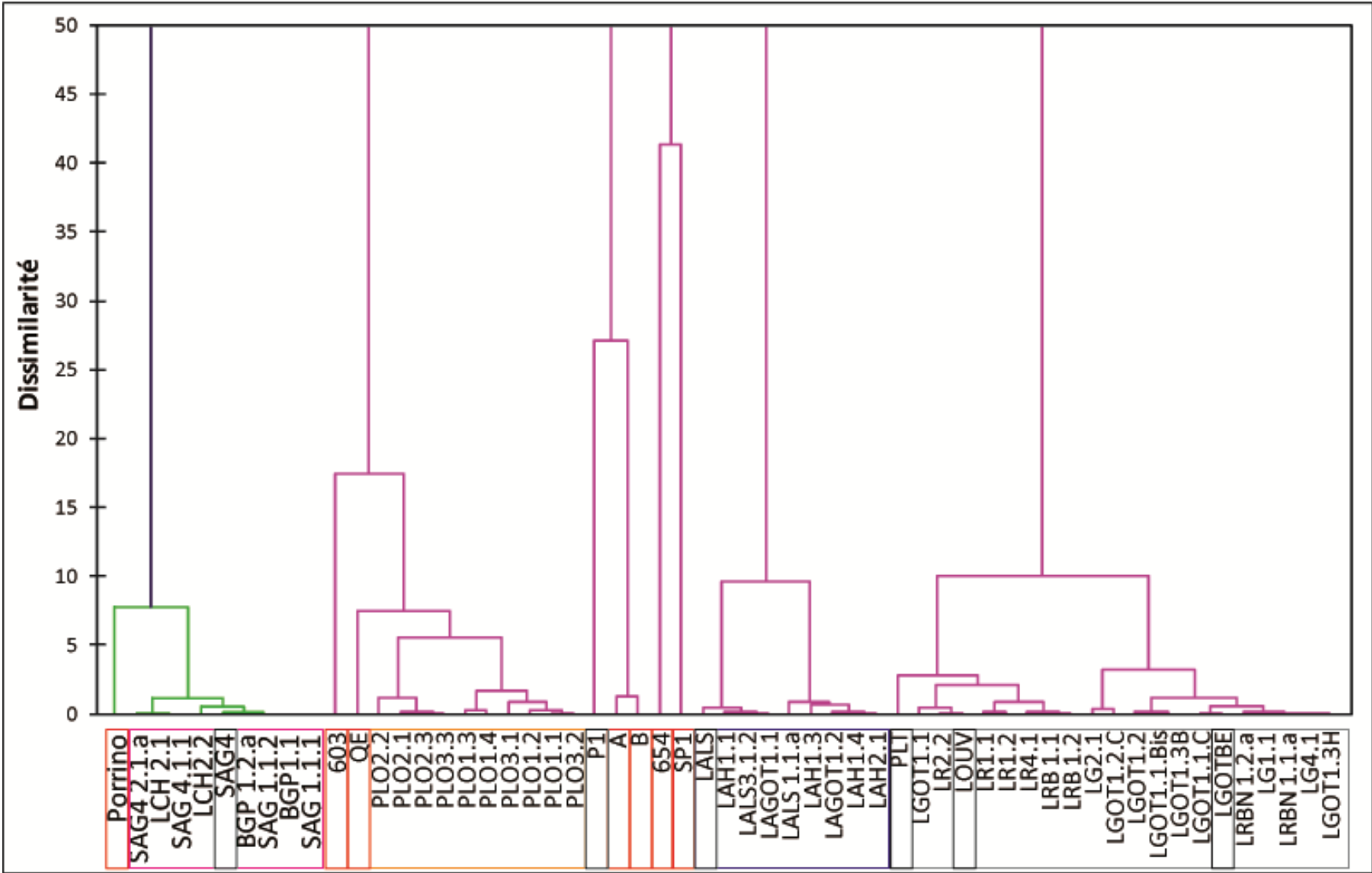


Fig. 107 : Dendrogramme de CAH. Les couleurs des carrés délimitant les populations de référence de cette étude et les échantillons erratiques et étrangers sont les mêmes que ceux de la Fig. 76.

4. Ultime test statistique incluant un échantillon du granit de Huelgoat

Un ultime test statique a été effectué concernant un granit totalement différent des quatre granits étudiés dans ce travail : le granit de Huelgoat (Fig. 108). Cette pierre de construction est extraite dans la commune du même nom dans le Finistère (29) à 25 km au sud de Morlaix. Macroscopiquement, il s'agit d'une roche à mésostase grenue à grains souvent porphyriques (mégacrists de feldspath potassique ; Fig. 108), de couleur gris bleu foncé. Microscopiquement, il s'agit d'un monzogranite. Les minéraux principaux sont : quartz, feldspath alcalin et plagioclase, cordiérite et biotite. Il possède des minéraux accessoires tels que muscovite, apatite, zircon, opaques, andalousite, sillimanite, monazite, tourmaline, entre autres (Georget, 1986 ; Capdevila, 2010). Des enclaves surmicacées sont visibles sur les macro-échantillons (tâches noires cristallisées et brillantes ; Fig. 108).

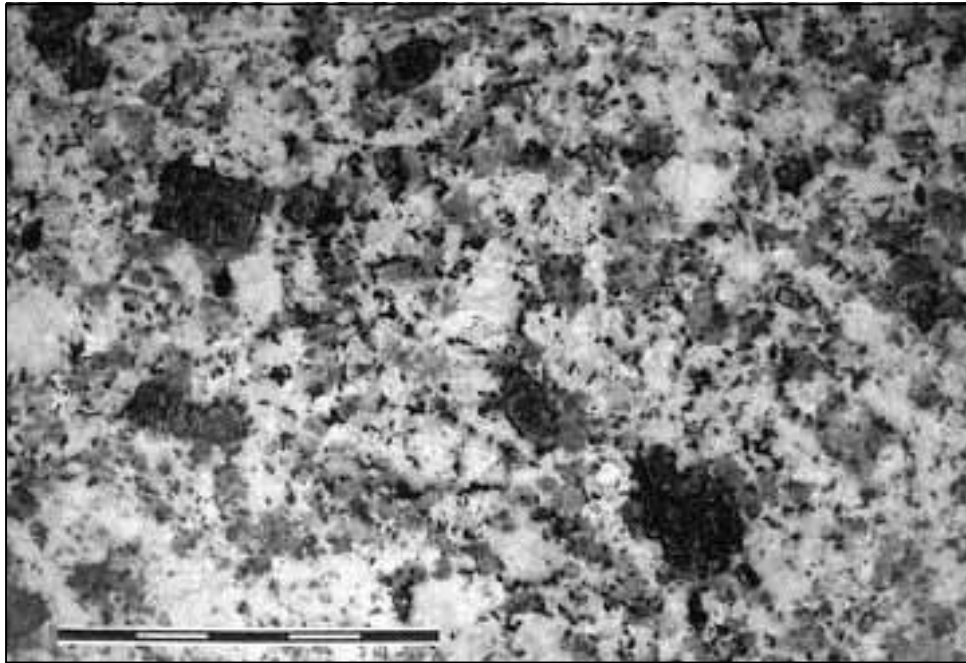


Fig. 108 : Photographie du faciès du granit de Huelgoat (par Louis Chauris).

L'ACP a été effectué à partir de nos données (comme dans la partie 3 de ce chapitre, Tarn, La Clarté, Louvigné et Lanhélin) et sur le granit de Huelgoat dont les données ont été extraites de Georget (1986). Les données d'entrée de cette ACP concernent uniquement les variables modales et géochimiques, présentes dans la liste de variables retenues dans l'ACP sur tous les échantillons de cette étude (partie 3 de ce chapitre) : Quartz, Feldspaths Alcalin et Plagioclase, SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO , MgO , CaO , Na_2O , K_2O , P_2O_5 , Ba, Be, Bi, Co, Cr, Cs, Eu, Ga, Ge, Nb, Pb, Rb, Sm, Sn, Sr, Ta, Tb, Th, U, V, Zn, Zr (Fig. 109). Cela correspond à un total de 34 variables et 45 échantillons.

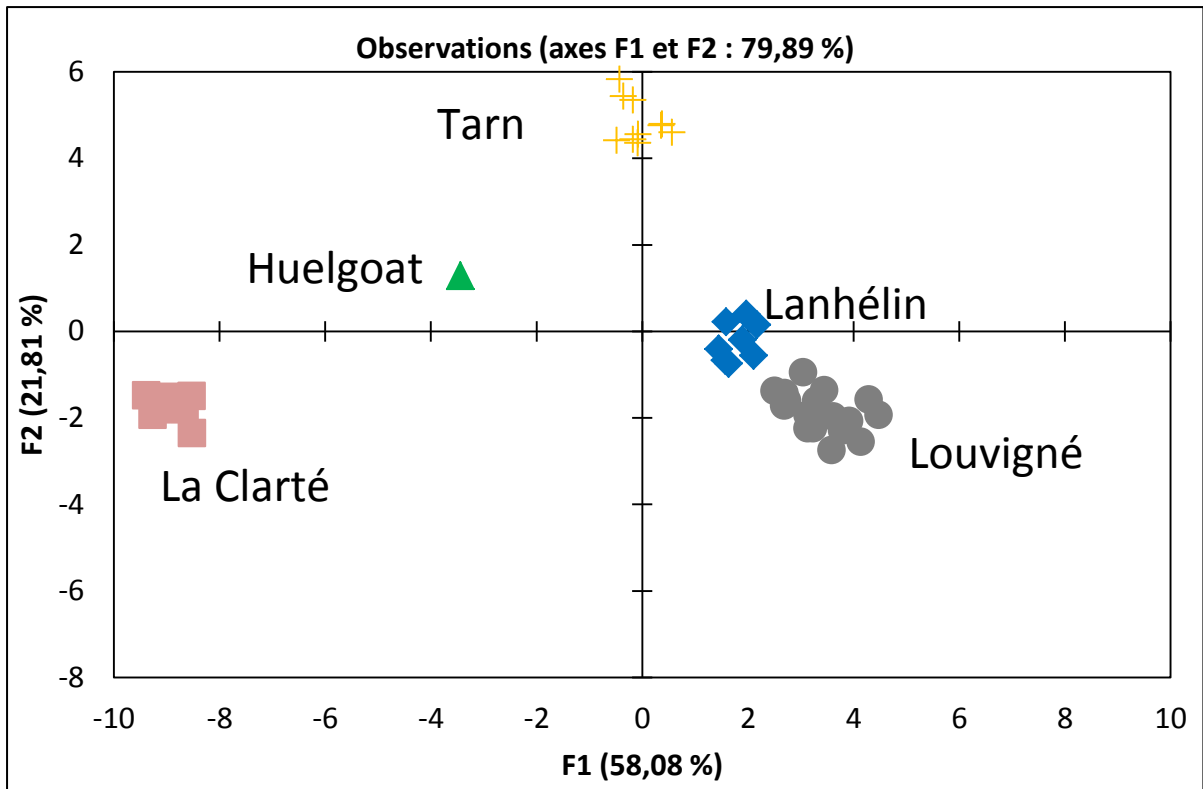


Fig. 109 : ACP finale sur l'ensemble des échantillons granitiques de référence et de Huelgoat (45 échantillons pour 34 variables). Les symboles des populations de référence de cette étude sont les mêmes que ceux de la Fig. 76. Le granit de Huelgoat est symbolisé par un triangle vert.

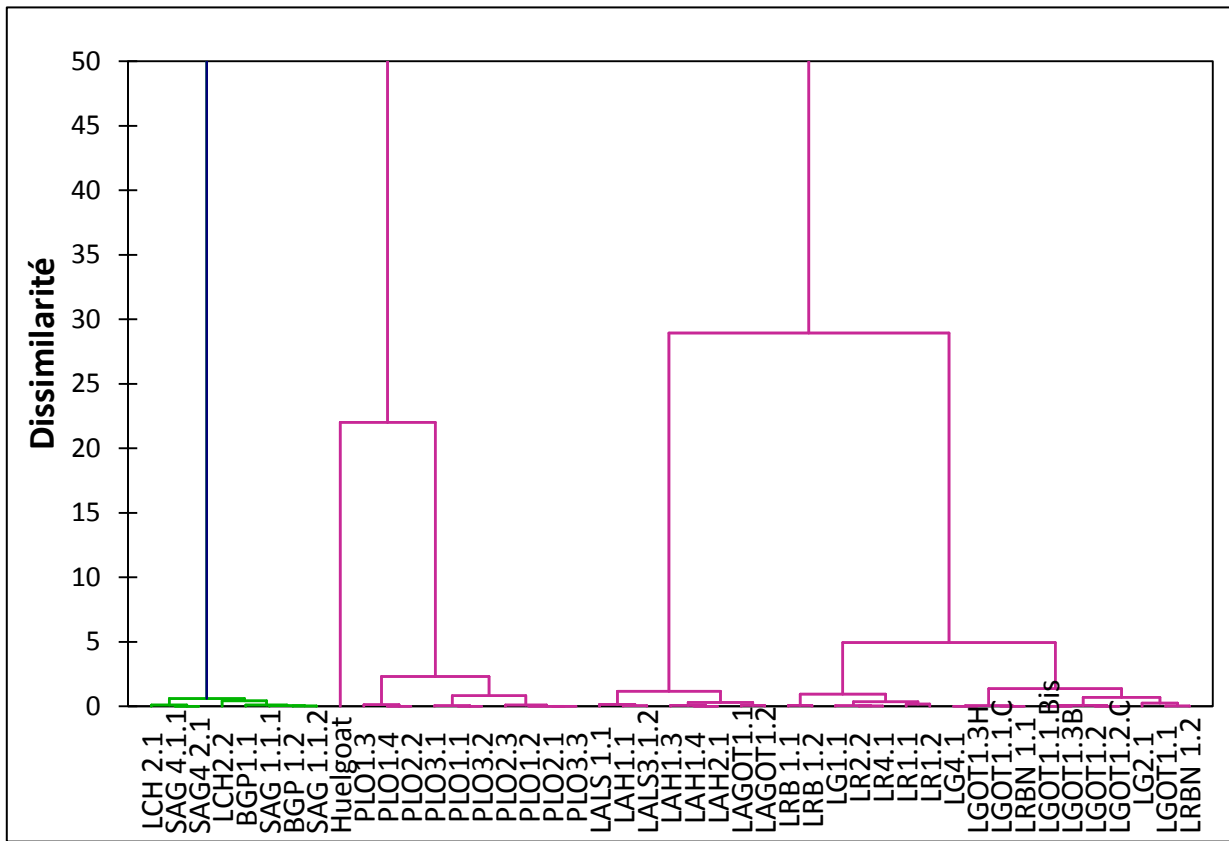


Fig. 110 : Dendrogramme de CAH.

L'utilisation de ces variables modales et chimiques permet de distinguer le granit de Huelgoat de nos 4 granits de référence (Fig. 109 et 110).

Conclusions générales du chapitre :

Dans ce chapitre, à travers différents cas de comparaisons, nous avons étudié le comportement des ACPs en changeant le nombre de variables sur lesquelles elles se basent. Les ACPs se sont révélées efficaces pour réduire le nombre de variables permettant de montrer les similarités. Pour montrer les dissimilarités, les ACPs permettent aussi de diminuer le nombre de variables à considérer mais les *Chapitres 2 et 3* ont montré que quelques variables significativement différentes suffisaient à distinguer deux pierres de construction. Les CAHs et AFDs permettent de lever les éventuelles ambiguïtés de certaines ACPs.

Pour synthétiser les résultats de ce chapitre dans chaque cas de comparaison, les listes réduites des variables retenues par les ACPs/CAHs sont :

- La Clarté/Blocs erratiques SAG4 et P1 : Feldspath Alcalin, Accessoires, CaO, Ba, Cs, $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$, $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$, K_2/K_3 et K_1/K_3 ;
- Louvigné/Blocs erratiques LOUV, LGOTBE, PLT : Fe_2O_3 , MnO, MgO, CaO, P_2O_5 , Co, Cr, Eu, Nb, Pb, Rb, Th ;
- Lanhélin/Bloc erratique LALS : Plagioclase, Cs, Ge, Rb, Sr, Tb, Th, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$;
- Tarn/603 : Feldspath Alcalin, Eu, Ta, Tb, Th, hcr ;
- La Clarté/Porriño: Ba, Ce, Eu, Ho, Lu, Sn, Tm, V, Y
- Louvigné/Lanhélin : Plagioclase, MnO, K_2O , Cs, Rb, Ba, Th, U, Ta, Sr, Zr, Sn, Eu, Gd, V, Co, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$;
- Louvigné/QE : Cs, Rb, Pb, Zr, Tm, V, Co ;
- Louvigné/A : MgO, CaO, P_2O_5 , Cr, Eu, Nb, Rb, V ;
- Louvigné/B : MgO, P_2O_5 , Cr, Co, eu, Nb, Rb, V ;
- Lanhélin/654 : Feldspath Alcalin, Pb, Sn, Jrs
- Lanhélin/SP1: CaO, K_2O , Cs, Nb, Ni.

Parmi ces variables, 24 d'entre elles apparaissent dans plusieurs ACPs : Feldspath Alcalin, Plagioclase, MnO, MgO, CaO, K_2O , P_2O_5 , Ba, Co, Cr, Cs, Eu, Nb, Pb, Rb, Sn, Sr, Ta, Tb, Th, Tm, V, Zr, $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$.

L'ACP et la CAH sur l'ensemble de nos échantillons permettent de faire ressortir une liste de variables résumant les traceurs permettant non seulement la discrimination de pierres de type granitique mais aussi montrant la cohérence à l'intérieur des groupes. Ces 37 variables sont de différentes natures : modale (Quartz, Feldspaths Alcalin et Plagioclase), géochimique élémentaire (SiO_2 , Al_2O_3 , Fe_2O_3 , MnO, MgO, CaO, Na_2O , K_2O , P_2O_5 , Ba, Be, Bi, Co, Cr, Cs, Eu, Ga, Ge, Nb, Pb, Rb, Sm, Sn, Sr, Ta, Tb, Th, U, V, Zn, Zr) et isotopique ($^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$, $^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd}$) et magnétique (K_1/K_2). La combinaison des trois approches (pétrographie, géochimie et magnétisme) apparaît pertinente.

Dans la liste ci-dessus, beaucoup de ces variables faisaient partie des listes plus réduites de variables retenues pour chaque comparaison de pierres deux à deux. Pour chacun des cas de comparaison deux à deux, la liste des variables retenues est différente. Ceci confirme l'idée émise à la fin du *Chapitre 3*, qu'un protocole universel de discrimination de pierres de construction de type granitiques utilisant les mêmes variables discriminantes n'existe pas.

Partie II :
Caractérisation de
pierres de construction de
type sédimentaire
carbonaté

Partie II : Caractérisation de pierres de construction de type sédimentaire carbonaté

SOMMAIRE

<i>Chapitre 5 : Le calcaire de Comblanchien</i>	<i>261</i>
1. Introduction	263
2. Caractérisation (article publié, C.R. Géosciences)	265
3. Compléments de la caractérisation	281
 <i>Chapitre 6 : Analyse statistique</i>	 <i>287</i>
1. Introduction	289
2. Résultats statistiques	290

Chapitre 5.
Le calcaire de
Comblanchien

L'objet de ce chapitre est la caractérisation d'une pierre de construction de type sédimentaire, le calcaire de Comblanchien. Cette caractérisation s'effectuera à l'échelle d'une carrière et à l'échelle de plusieurs carrières.

Comme pour les granits précédents, nous avons comparé les caractéristiques de la pierre de construction française de référence, le calcaire de Comblanchien, avec l'un de ces analogues commerciaux d'origine étrangère. Cette comparaison permettra potentiellement d'identifier les traceurs les plus pertinents de discrimination entre ces pierres. D'autre part, trois échantillons prélevés sur un chantier de construction près de Paris ont été traités et comparés aux deux calcaires analogues commerciaux pour pouvoir peut-être déterminer leur provenance.

L'essentiel du présent chapitre fait l'objet d'une publication acceptée (Malfilatre et al., C.R. Géosciences). Un complément sur l'aspect pétro-géochimique est développé à la suite de cet article.

1. Introduction

Derrière la région Languedoc-Roussillon, la région Bourgogne-Franche-Comté est la deuxième zone principale d'extraction de pierre calcaire et marbres avec un chiffre d'affaires d'environ 676 000€ (UNICEM-SN-ROC, 2009). L'extraction de blocs équarris de type calcaire, dans cette région, représente 14,4% du volume total de blocs équarris extraits en France (UNICEM-SN-ROC, 2010). La Bourgogne fournit une large gamme de calcaires, situés pour la plupart dans le Jurassique moyen (Dogger), allant de pierres marbrières aussi compactes que le marbre jusqu'à des pierres tendres et poreuses convenant pour la construction. Les couleurs sont le plus souvent le blanc et le beige ou l'ocre clair, il existe aussi des pierres roses (Perrier, 1993). La grande majorité des carrières de la région est située dans les départements de l'Yonne, de la Côte d'Or et de la Saône et Loire (Perrier, 1993). Les principaux secteurs d'extraction, les principales variétés extraites dans ces départements et quelques exemples de réalisations prestigieuses que l'on peut trouver dans cette région bourguignonne sont : (1) dans l'Yonne : à l'Est où ont été extraites « les pierres blanches » de l'abbatiale de Vézelay, de l'abbaye de Fontenay et du palais de Chaillot, et « la pierre de Tonnerre » ayant servi à la construction de l'Arc de Triomphe de l'Etoile et de l'Opéra Garnier, (2) dans la Côte d'Or : dans les secteurs du Châtillonnais et de Comblanchien dont la pierre a été notamment utilisée pour le château du clos Vougeot et le dallage du musée du Louvre, et (3) en Saône-et-Loire : le secteur de Buxy utilisé en particulier pour le dallage du musée d'Orsay, et de Saint-Martin-Belle-Roche (<http://www.industrie-bourgogne.fr>). Toutes ces pierres citées sont localisées sur la Fig. 2 de l'*Introduction*.

Notre étude se focalise uniquement sur le secteur de Comblanchien en Côte d'Or où est extraite la pierre de construction ciblée. Le département de la Côte d'Or (21) est le deuxième

exploitant de pierres de construction de type sédimentaire en Bourgogne-Franche-Comté avec un chiffre d'affaires d'environ 146 000€, derrière le département de Saône-et-Loire (UNICEM-SN-ROC, 2009). La principale pierre de construction exploitée dans la région provient de la Formation de Comblanchien et porte le nom commercial de calcaire de Comblanchien.

Trois carrières extraient ce calcaire, SETP, Carrières et Marbreries de Bourgogne et Pierres Bourguignonnes (Fig. 1 de l'article ; Fig. 11). La carrière Rocamat, qui ne se situe pas sur la commune de Comblanchien, exploite le même faciès mais avec un nom commercial différent, le Rocheron. Une vingtaine d'échantillons bruts issus directement des fronts de taille des carrières (Fig. 111) et une vingtaine d'échantillons taillés sous forme de plaques ont été collectés (cf. Fig. 2 de l'article).

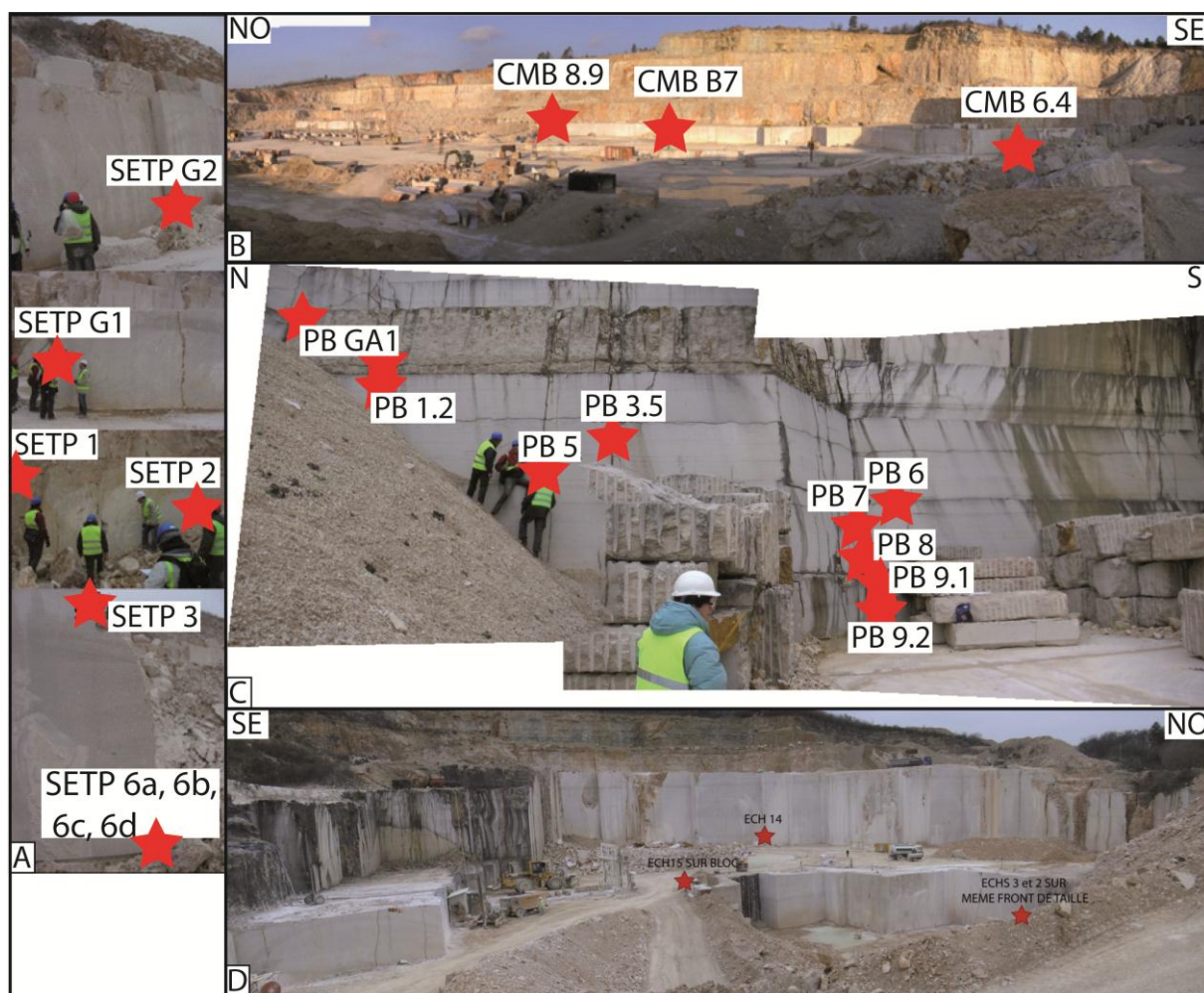


Fig. 111 : (A) Zone de prélèvement de la carrière SETP, (B) Panorama de la carrière Carrières et Marbreries de Bourgogne (CMB), (C) Panorama de la carrière Pierres Bourguignonnes et (D) Panorama de la carrière Rocamat. Les étoiles correspondent à l'emplacement des prélèvements d'échantillons.

2. Caractérisation du calcaire de Comblanchien, comparaison avec un de ses analogues commerciaux VATC et test d'appartenance des échantillons A, B et F.

Article accepté aux Comptes Rendus Géosciences (12/12/11)

Caractérisation pétrographique et géochimique du calcaire de Comblanchien (Bourgogne, France) : un indicateur de provenance de la pierre de construction

Petrographical and geochemical characterization of the Comblanchien limestone (Bourgogne, France): a fingerprint of the building stone provenance

Claudine Malfilatre^{1*}, Philippe Boulvais¹, Marie-Pierre Dabard¹, Sylvie Bourquin¹, Erwan Hallot¹, Didier Pallix², Denis Gapais¹

¹ GEOSCIENCES RENNES – UMR CNRS 6118, Université de Rennes 1, Campus de Beaulieu, 263 Av. du Général Leclerc, 35042 RENNES Cedex, France

² CENTRE TECHNIQUE DE MATERIAUX NATURELS DE CONSTRUCTION (CTMNC) – 17 rue Letellier, 75015 PARIS, France

*claudine.malfilatre@univ-rennes1.fr

Résumé

Le calcaire de Comblanchien est une pierre de construction renommée. En cela, elle mérite une caractérisation quantitative qui soit en mesure de garantir sa provenance. Les caractères pétrographiques et géochimiques des calcaires commercialisés sous l'appellation Comblanchien sont comparés à ceux d'un de leurs concurrents (VATC, calcaire Portugais à grains enrobés. Si la distinction est parfois délicate à réaliser à partir d'observations macroscopiques et microscopiques, les échantillons de Comblanchien à grains enrobés possèdent des valeurs de $\delta^{13}\text{C}$ (entre +1.75‰ et +2.25‰) distinctes de celles de l'échantillon VATC (valeur de $\delta^{13}\text{C}$ négatif). Dans un exemple d'application de ces résultats, trois échantillons extraits d'un chantier de construction de la région parisienne sont également étudiés pour en vérifier la provenance. Nous concluons qu'ils ne proviennent pas des carrières de la région de Comblanchien, mais vraisemblablement du Portugal. L'étude montre qu'une caractérisation approfondie des calcaires de construction en exploitation peut en permettre la distinction en termes de provenance, et en conséquence, offre la possibilité de leur attribuer une carte d'identité, et si nécessaire un label commercial.

Abstract

The Comblanchien limestone is a well-known building stone. As so, it deserves a quantitative characterization in order to be able to certify its origin. We compare petrographical and geochemical characteristics of limestones commercialized under the name of Comblanchien to those of one of their competitors (VATC, a Portuguese coated grain-bearing limestone). From macroscopic and microscopic observations, the distinction is somehow difficult but the coated grain-bearing Comblanchien samples have $\delta^{13}\text{C}$ values (from +1.75 to +2.25‰) different from those of the VATC sample (negative $\delta^{13}\text{C}$ value). As an example of application of these results, three samples from a building site near Paris are also studied in order to verify their provenance. We conclude that they do not come from the quarries from the Comblanchien area, but likely from Portugal. The study shows that a detailed analysis of building limestones may provide a robust tool for discriminating between currently mined stones of different provenances, and thus open the possibility to attach to a given limestone a fingerprint, an identity card, and if required a commercial label.

Mots clés: calcaire de Comblanchien, Pétrographie, Géochimie isotopes stables, Jurassique, provenance des pierres de construction

Keywords: Comblanchien limestone, Petrography, Stable isotope geochemistry, Jurassic, building stone provenance

1. Introduction

The Comblanchien limestone is a famous building stone used in France in many architectural buildings, both historically (e.g. Opéra de Paris) and nowadays (e.g. Lyon railway station). At present, this commercial rock is extracted from Bourgogne (to the South-East of the Paris Basin Fig. 1A) in only four quarries: *SETP (Société d'Entreprise de Travaux Publics)*, *Pierres Bourguignonnes*, *Rocamat* and *CMB (Carrières et Marbreries de Bourgogne)* (Fig.1B). The Comblanchien limestone exhibits physical and ornamental characters that make an elegant building stone. As a consequence, temptation is great for some professionals to replace it by other limestones, which, if not necessarily of lesser ornamental or petro-physical (resistance to weathering, robustness) quality, remains cheaper. There is thus a need for the local economic sector to make sure that a given building limestone come from the Comblanchien region or not. In this paper, we propose an approach capable of verifying, and potentially recovering, the provenance of some rocks used as

building stones. Studies addressing such a problematic usually concern archeological or historical monument applications (e.g. Fronteau et al., 2010; Kastenmeier et al., 2010).

The aim of this paper is: (1) to provide a quantitative characterization of the Comblanchien limestone using petrological and geochemical tools, in order to identify potential markers of a guarantee of its origin, and (2) to test the validity of the approach by comparing the Comblanchien limestone to one of its competitors from Portugal. Finally, as an example of application, we have studied three samples collected at a building site near Paris where building stones were sold as Comblanchien limestone but the actual provenance of which was suspicious.

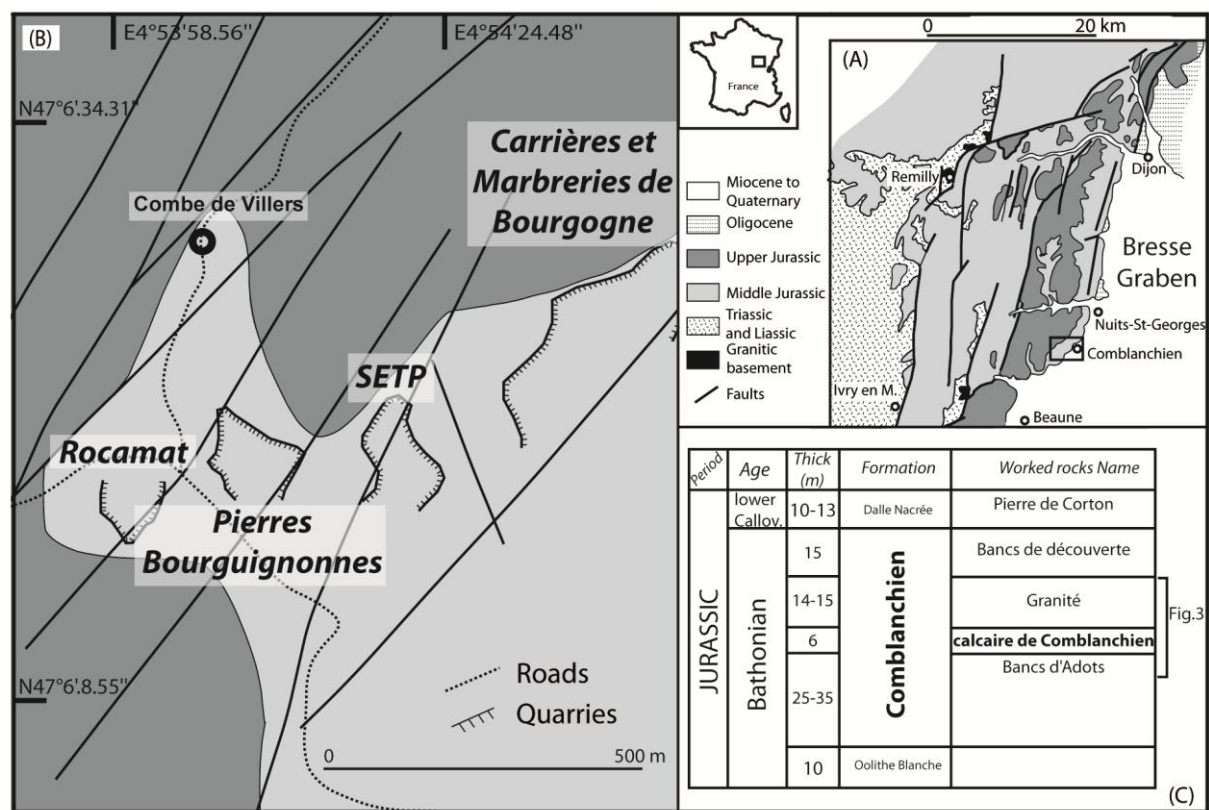


Fig. 1. (A) Geological map of the Comblanchien area. (B) Location of the four quarries working the Comblanchien limestone (modified from Rémond et al., 1985 and Gélard, 1978). SETP = Société d'Entreprise de Travaux Publics. (C) Stratigraphic and geochronological position of the Comblanchien limestone. "calcaire de Comblanchien" corresponds to the Comblanchien building limestone. **Fig. 1.** (A) Carte géologique de la région de Comblanchien. (B) Localisation des quatre carrières exploitant le calcaire de Comblanchien (modifiées d'après Rémond et al., 1985 et Gélard, 1978). SETP = Société d'Entreprise de Travaux Publics. (C) Position stratigraphique et géochronologique du calcaire de Comblanchien.

2. Regional setting

South-eastward from the Paris Basin, Comblanchien is a commune from Bourgogne located in between Beaune and Nuits-St-Georges, to the west of the Bresse Graben (Fig. 1A). The Comblanchien Formation is located between the “Oolithe Blanche” Formation (Bathonian) and the “Dalle Nacrée” Formation (lower Callovian; Purser, 1975; Delmas et al., 2010; Fig. 1C). The presence of the foraminifera *Meyendorffina* (*Kilianina*) *bathonica* and *Orbitamina elliptica* (Delance, 1964) in the Comblanchien Formation indicate an upper Bathonian age (Middle Jurassic). The formation is diachronous and extends beneath the Paris Basin and towards the Jura (Purser, 1975; Gaumet, 1997). Its thickness varies from 25 m in West of Bourgogne to 50-60 m in East Bourgogne (Perrier, 1993).

According to some authors (Floquet et al., 1989; Javaux, 1992; Garcia, 1993; Delmas et al., 2010), the Comblanchien Formation is somewhat heterogeneous with various coated grains (i.e. oncoids, ooids), and fossils within a micritic to a sparitic groundmass (sensu Flügel, 2004). The deposit environment corresponded to a large Bahamian-type lagoon (Purser, 1975; Medus et Mojon, 1996; Delmas et al., 2010). During the Cenozoic, several successive phases of deformation have induced displacements along faults in the western margin of the Bresse Graben (Rocher et al., 2003). One of these consists in a major NS shortening and is possibly of Pyrenean age (Rocher et al., 2003).

In the four quarries working the so-called Comblanchien limestone (Fig. 1B) quarrymen distinguish four commercial types of limestones within the Comblanchien Formation. From the bottom to the top, they are named: Bances d’Adots, Comblanchien limestone (also including the Rocheron from the Rocamat quarry), Granité, and Bances de découverte (Fig. 1C). This study focuses on the Comblanchien building limestone, which has been described by Rat (1991), but also provides data for the Granité.

3. Strategy

The Comblanchien limestone exhibits an overall visual homogeneity that justifies its commercial name. In details, it shows some variability (e.g. changes in color and concentration of stylolitic joints marked by iron oxides), which can be observed either within a single quarry or from a quarry to the other. The strategy was therefore to perform an exhaustive sampling of the four present-day worked quarries. Within each quarry, most strata have been sampled directly on cliffs and, when necessary, the sample set has been completed by blocks provided by the quarrymen. The global sample set is presented in the stratigraphic section of Fig. 2.

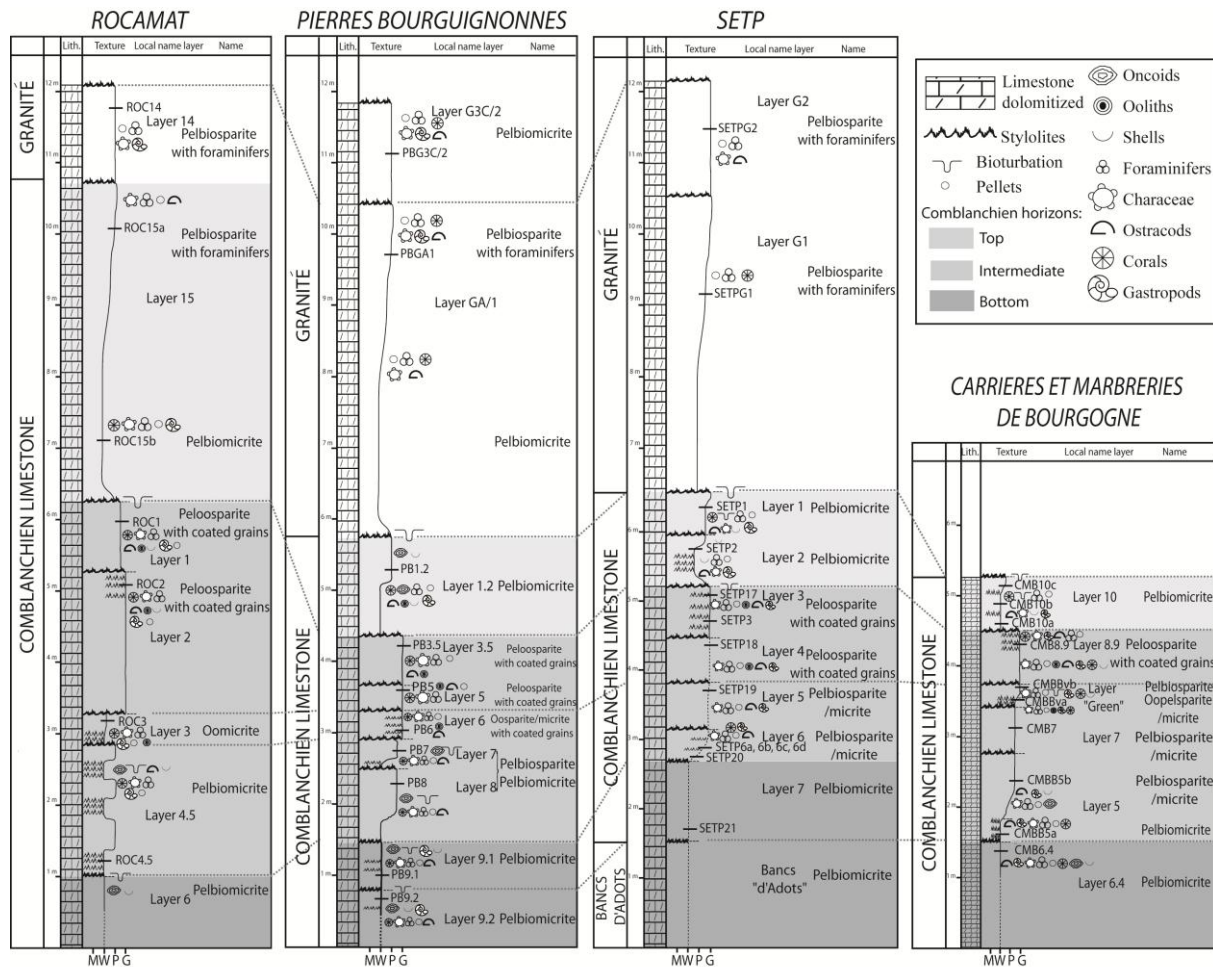


Fig. 2. Stratigraphic logs of the four quarries of the Comblanchien limestone and stratigraphic locations of the samples are indicated. Dashed lines indicate proposed layer correlations from a quarry to the other. The classification used corresponds to Folk's classification (1959). **Fig. 2.** Log stratigraphiques des quatre carrières du calcaire de Comblanchien. La localisation stratigraphique des échantillons est indiquée. Les tirets gris correspondent aux corrélations proposées entre les bancs entre chaque carrière. La classification utilisée correspond à celle de Folk (1959).

The analytical strategy was to use routine methods in their state-of-the-art, so that the procedure may be repeated quite easily. A total of 121 thin sections and 41 whole rock powders from 41 samples have been produced. Samples were photographed individually, petrographically described at both the macroscopic and the microscopic scales, under naked-eyes, the binocular and the microscope (Fig. 3). For all samples, the O and C isotope compositions were measured. Eight samples were selected for both chemical analysis (major and trace elements) and Nd isotope geochemistry. They were those showing the largest variations in O and C isotope compositions, and we can reasonably assume that the other samples display compositions in the range defined by these eight ones.

Searching for markers of the provenance of building limestones, the Sr isotope composition was not retained as it is not expected to vary significantly as a function of the geographic location within limestones of about the same age. Indeed, due to the long residence time of Sr in seawater, homogenization over large scales is achievable and the Sr isotope composition is nearly constant throughout the world ocean at a given time. In contrast, Rare Earth Elements (REE), among which Nd, display much shorter residence times. As a consequence, one expects that limestones of the same age but from distinct geographic location may exhibit different Nd isotope compositions.

On purpose for this study, a limestone sample originating from Moleanos (Portugal) and named VATC (Vidraço ATaija Creme) was analyzed in the same manner. This limestone, of Callovian age (Perrier, 1993), corresponds to a commercial competitor of the Comblanchian (Bathonian) limestone. Three other samples of limestones of uncertain origin were picked-up at a building site near Paris (samples A, B and F) and have also been studied.

4. Analytical Methods

Large hand specimens, in the range 5-10 kg, were sampled in order to get one to several thin sections and a whole rock powder per sample. Blocks were sawed and crushed, and final powders were obtained using an agate mortar.

4.1. Modal analysis

The relative proportions of the cement and clasts were measured by classical point counting on thin sections (30×45 mm²; 4000 points/section; Table 1). The uncertainty on modes can reach up to 2 vol.%, as estimated from standard deviations from repeated modal analyses on granitic rocks at Géosciences Rennes.

4.2. Chemical analysis

Chemical compositions were measured by the Service d'Analyse des Roches et des Minéraux (SARM, CRPG-CNRS, Nancy, France). Analyses were performed by ICP-AES for major elements and ICP-MS for trace elements. Uncertainties and detection limits are provided in Table 2.

4.3. Oxygen and carbon isotopes

Stable isotopes analyses were performed at the stable isotope laboratory at Geosciences Rennes. About 10mg of powder was reacted with anhydrous H_3PO_4 at 50.0°C overnight. Isotopic compositions were measured on a VG-SIRA 10 triple collector mass spectrometer. The results are quoted in Table 1 using the δ notation with respect to SMOW for $\delta^{18}\text{O}$ and PDB for $\delta^{13}\text{C}$. Isotopic measurements were normalized using repeated analyses of an “in-house” standard (Prolabo Rennes) and of the NBS 19 international limestone standard. Taking into account (1) the analysis of five duplicates and (2) the uncertainty on measurements of the standards, we estimate the total uncertainty on isotopic compositions at $\pm 0.1\text{‰}$ and $\pm 0.15\text{‰}$, for $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$, respectively.

4.4. Nd isotopes

Nd isotope analyses were performed on 100 mg of rock powders using a 7-collectors Finnigan MAT-262 mass spectrometer at Geosciences Rennes (Table 2). Powders were dissolved twice with a mixture of 6N HCl acid in a sealed Savilex beaker on a hot plate during 3–4 days. They were then dried and taken up with concentrated 2.5N HCl acid. During the analytical session, measurements of the AMES Nd standard gave a mean $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratio of 0.511945. Blanks values for Nd were lower than 300 pg and no correction was made to the measured isotopic ratios.

5. Results

5.1. Petrography

5.1.1. Description

The Comblanchien and the Granité limestones are fine-grained and beige colored. They are stratified and the front quarries provide exceptional conditions to observe the sub-horizontal metric layers. Dolomitized zones are locally visible, either as horizontal brownish-purplish bands (e.g. sample CMBB5a, Fig. 3) or in burrows resulting from bioturbation. The limestone is made up of various clasts embedded in a microcrystalline matrix (micrite; e.g. sample PB1.2) or in a sparry calcite cement (sparite; e.g. sample PB3.5; see also Fig. 2). Sparite and micrite are present in all the quarries, and locally coexist within a single sample. The clasts consist in pellets, coated grains (oncoids and ooids; Flügel, 2004) and various fossils (foraminifera, ostracods, gastropods, characea and corals). Except for the pellets (20–50 μm), the size of elements varies between 50 and 150 μm . Iron oxides are disseminated in the rocks or concentrated within stylolitic joints subparallel to bedding.

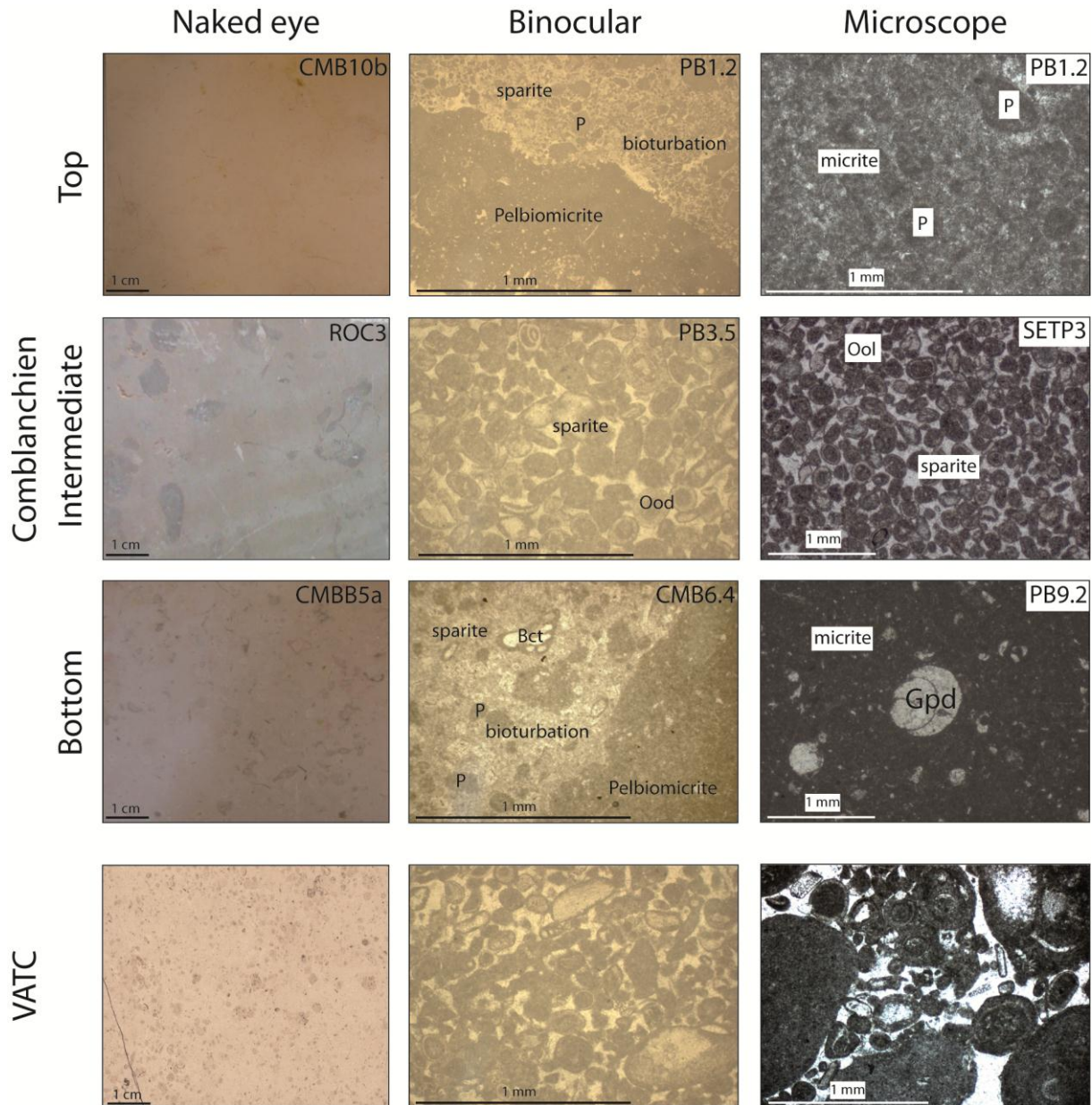


Fig. 3. Photographs of the various Comblanchien limestone facies (bottom and top: wackestone; intermediate: grainstone) and of one of its Portuguese competitor (VATC grainstone). P : pellets, Ood : ooids, Bct : bioclasts and Gpd : gastropods. **Fig. 3.** Photographies des faciès variables du calcaire de Comblanchien (base et sommet : wackestone ; intermédiaire : grainstone) et de son concurrent portugais VATC (grainstone). P : pellets, Ood : ooides, Bct : bioclastes et Gpd : gastéropodes.

By combining field and microscopic observations, we have established facies correlations between quarries (see grey dash lines on fig. 2). These correlations define three horizons within the Comblanchien limestone. From the bottom to the top, they are (Fig. 2): (1) a pelbiomicrite bottom horizon, (2) an intermediate horizon with pelbiosparite/micrite, oomicrite and peloosparite and (3) a pelbiomicrite top horizon. Each of these horizons is composed by several layers which are named differently from a quarry to the other but the

limits of the horizons can be used to laterally correlate the layers. For example, layer 9.1 of the *Pierres Bourguignonnes* quarry correlates with layer 7 of the *SETP* quarry (see column “Local name layer”, fig. 2). In addition, there is no significant petrographic distinction between the Granité and the bottom and the top horizons of the Comblanchien limestone.

The VATC sample is a fine-grained and compact limestone, beige colored with a sparry calcite cement. It contains pellets, coated grains (oncoids and ooids) and bioclasts (e.g. foraminifera, characea, ostracods). Clasts are thus about the same as those in the intermediate horizon of the Comblanchien limestone. In details, foraminifera *Meyendorffina* (*Kilianina*) *bathonica* and *Orbitammina elliptica* (Delance, 1964) known in the Comblanchien limestone are not present in the VATC sample. Samples of unknown provenance A, B and F resemble both the VATC sample and the intermediate layers of the Comblanchien limestone.

5.1.2. Modal composition (Table 1)

The relative abundance and the nature of the groundmass (C: sparite/micrite) and of the clasts (B) are reported in Table 1. Among clasts, pellets and coated grains are the most abundant, the former being present in all the samples but with variable proportions (7.5 - 59.1 vol.%). Coated grains are only present in the intermediate sparitic layers. The fossils are also found everywhere; the most abundant are the foraminifera.

Sample VATC is clast-rich (57 vol.%) and contains coated grains ; this sample thus resembles qualitatively and quantitatively to the intermediate sparitic layers of the Comblanchien limestone. Samples A, B and F are much more clast-rich (up to 88 vol.%) and also contain coated grains.

5.2. Stable isotope geochemistry (Table 1, Fig. 4)

The Comblanchien limestone and the Granité exhibit rather homogeneous $\delta^{18}\text{O}$ (25.4 – 27.7‰) and $\delta^{13}\text{C}$ (1.24 – 2.25‰) values, which compare well with unaltered marine Jurassic limestones (Veizer et al., 1999). Some samples from the SETP quarry have lower $\delta^{18}\text{O}$ values down to 24.6‰ and $\delta^{13}\text{C}$ values down to -1.24‰, which are likely signs of some secondary alteration.

The VATC sample has a $\delta^{18}\text{O}$ value comparable to most of the Comblanchien samples (26.5‰) but shows a negative $\delta^{13}\text{C}$ value (-0.40‰) that thus compares well with some SETP samples. Samples A, B and F have a comparable $\delta^{18}\text{O}$ value (near 26.5‰) and a somewhat variable $\delta^{13}\text{C}$ value between 0.41 and -1.55‰.

Sample	Texture			Petrography							Stable Isotopes	
	Matrix C (vol.%)		Clasts B (vol.%)	(1)	(2)	(3)	(4)	(5)	(6)	(7)	$\delta^{13}\text{C}$ (‰ PDB)	$\delta^{18}\text{O}$ (‰ SMOW)
ROC14	34	sparite	66	59	0.0	6.6	0.4	0.0	0.0	0.0	2.04	26.4
ROC15a	53	sparite	47	38	0.0	7.8	0.7	0.3	0.0	0.0	2.06	26.3
ROC15b	54	micrite	46	37	0.0	6.1	0.2	0.0	0.9	1.6	2.11	26.6
ROCB1(*)	54	sparite	46	27	13	1.6	1.5	1.2	0.9	0.3	2.17	27.2
ROC2	29	sparite	71	36	32	0.9	1.3	0.5	0.2	0.5	2.14	26.9
ROC3	52	micrite	48	17	26	0.4	2.6	1.2	0.0	0.5	2.16	27.1
ROC4.5	69	micrite	31	16	0.0	1.5	1.6	1.2	0.7	9.7	2.15	27.1
PBG3C/2	73	micrite	27	17	0.0	6.7	1.4	1.4	0.3	0.1	1.88	27.1
PBGA1	58	sparite/micrite	42	34	0.0	5.3	0.7	0.8	0.6	0.4	1.84	26.9
PB1.2	77	micrite	23	19	0.0	2.0	0.6	1.1	0.1	0.9	1.97	27.6
PB3.5(*)	21	sparite	79	40	25	5.0	2.0	3.6	0.0	3.3	2.14	27.2
PB5	53	sparite	47	19	20	3.9	1.1	0.2	0.0	2.7	2.07	26.8
PB6	29	sparite/micrite	71	24	43	1.2	1.4	0.5	0.0	0.2	2.08	26.7
PB7	56	sparite/micrite	44	35	0.0	5.8	1.5	0.5	0.0	1.1	1.49	26.8
PB8(*)	56	sparite/micrite	44	35	0.0	5.8	1.5	0.5	0.0	1.1	1.75	26.5
PB9.1	59	micrite	42	33	0.0	4.4	1.6	1.4	0.2	1.2	1.97	26.8
PB9.2	68	micrite	32	25	0.0	5.6	0.3	0.3	0.3	0.3	2.18	26.9
SETPG2	42	sparite	58	47	0.0	10.3	0.2	0.0	0.0	0.1	1.36	27.0
SETPG1	35	sparite	65	59	0.0	4.3	0.0	0.0	0.0	1.6	0.72	27.1
SETP1	87	micrite	13	7.5	0.0	3.7	0.7	0.5	0.8	0.1	1.30	27.2
SETP2	85	micrite	15	11	0.0	2.4	0.9	0.3	0.1	0.0	2.00	27.0
SETP17	43	sparite	57	34	17	2.2	1.7	1.3	0.5	0.0	1.80	26.8
SETP3(*)	46	sparite	54	29	20	2.2	2.4	0.1	0.1	0.0	2.11	26.9
SETP18	30	sparite	70	37	30	1.4	0.7	0.3	0.3	0.4	2.25	26.6
SETP19(*)	48	sparite/micrite	52	43	0.0	6.7	0.9	0.8	0.7	0.0	1.14	26.1
SETP6a	45	sparite/micrite	55	38	0.0	10	1.4	1.4	1.8	1.7	1.51	24.7
SETP6b	51	sparite/micrite	49	34	0.0	8.2	1.7	1.5	1.4	1.6	1.33	24.9
SETP6c	66	sparite/micrite	35	21	0.0	4.9	2.7	3.2	1.1	1.8	1.52	26.4
SETP6d(*)	56	sparite/micrite	44	36	0.0	3.7	1.5	0.3	1.1	2.1	-1.24	24.6
SETP20	54	sparite/micrite	46	35	0.0	6.3	1.7	1.3	0.2	0.8	1.57	26.4
SETP21	80	micrite	20	14	0.0	4.6	0.9	0.1	0.1	0.3	1.24	25.4
CMB10c	73	micrite	28	20	0.0	4.0	0.9	1.5	0.9	0.6	1.84	26.6
CMB10b	81	micrite	19	11	0.0	3.7	0.6	0.7	2.2	1.5	2.04	26.8
CMB10a	81	micrite	19	12	0.0	2.6	1.3	0.1	1.4	1.6	1.72	27.2
CMB8.9	24	sparite	76	34	33	3.9	1.5	2.1	0.0	1.7	1.87	27.7
CMBBvb(*)	39	sparite	61	48	0.0	10	1.4	0.4	0.4	0.4	2.10	27.1
CMBBva	42	sparite/micrite	58	23	27	3.2	1.9	1.3	0.6	0.2	2.00	27.2
CMB7	59	sparite/micrite	41	33	0.0	3.2	1.1	0.8	0.1	3.0	1.42	26.0
CMBB5b	60	sparite/micrite	41	33	0.0	3.4	1.7	0.4	0.1	1.7	2.21	26.6
CMBB5a(*)	66	micrite	34	19	0.0	4.9	1.5	1.6	0.8	5.9	1.64	26.8
CMB6.4	83	micrite	17	9.1	0.0	4.1	1.7	1.2	0.6	0.4	2.00	26.2
VATC(*)	43	sparite	57	44	10	1.9	0.7	0.3	0.0	0.2	-0.40	26.5
A(*)	12	sparite	88	67	15	1.8	0.5	3.2	0.0	0.0	0.41	26.4
B(*)	22	sparite	78	40	31	1.7	3.4	1.6	0.0	0.9	-1.43	26.5
F(*)	31	sparite	69	45	9.9	0.8	9.4	0.4	0.0	3.3	-1.55	26.2

Table 1. Textures, modes and stable isotope compositions (C and O) of studied samples. (1) Pellets, (2) Ooliths, (3) Foraminifera, (4) Characea, (5) Ostracods, (6) Gastropods and (7) Corals. (*) Samples for which a whole rock chemical composition is provided (Table 3). Bold values underline particularly remarkable features to distinguish between Comblanchien,

VATC, and A, B, F samples. **Tableau 1.** Textures, modes et compositions en isotopes stables (C et O) des Calcaires de Comblanchien, de l'échantillon VATC et des échantillons A, B et F. (1) Pellets, (2) Oolithes, (3) Foraminifères, (4) Characées, (5) Ostracodes, (6) Gastéropodes and (7) Coraux. (*) Échantillons sur lesquelles les analyses chimiques ont été effectuées. Les valeurs en gras représentent les valeurs intéressantes pour la distinction Comblanchien, VATC, et A, B et F.

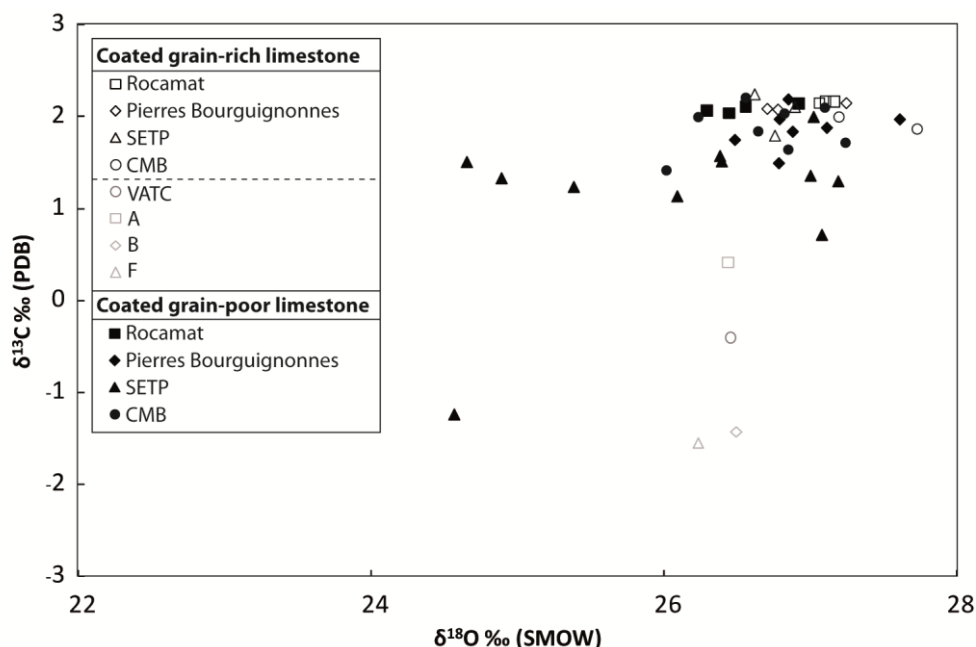


Fig. 4. $\delta^{13}\text{C}$ (PDB) versus $\delta^{18}\text{O}$ (SMOW) of Comblanchien limestone, VATC, and A, B and F samples. **Fig. 4.** $\delta^{13}\text{C}$ (PDB) versus $\delta^{18}\text{O}$ (SMOW) pour les échantillons de calcaires de Comblanchien, VATC, et A, B et F.

5.3. Complementary geochemical characterization (Table 2, Fig. 5)

5.3.1. Major and trace elements

The chemical composition of the Comblanchien limestone reflects the nearly total absence of terrigenous mineral phases: excluding the major oxides classically entering in carbonate structural formulas (CaO, MgO and LOI assumed as mainly CO_2), the sum of oxides is less than 1 wt.% (Table 2). Consistently, characteristics of trace elements are typical of marine limestones: Sr content is about 200 ppm, REE patterns are not fractionated relative to the upper continental crust and exhibit a large Ce negative anomaly (Ce/Ce^* about 0.49).

The VATC sample is also a nearly pure and typical marine limestone. Despite it resembles to the Comblanchien limestone, sample VATC is slightly but significantly richer in REE, Y and Th, and poorer in MgO, Ba, Rb, Sr (only sample SETP6d is poorer in Sr than VATC) and U. Interestingly, these elements are also enriched (REE, Y, $\pm\text{Th}$) or depleted (MgO, Ba, Rb, Sr) in samples A, B and F compared to the Comblanchien samples.

5.3.2. Nd isotopes (Table 2)

The $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratios of the Comblanchien limestone are homogeneous in the range 0.51215- 0.51221. The VATC sample exhibits an unspecific ratio of 0.512165 that lies within the Comblanchien range. Samples A, B and F also have $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ ratios in the same range, between 0.51218 and 0.51219.

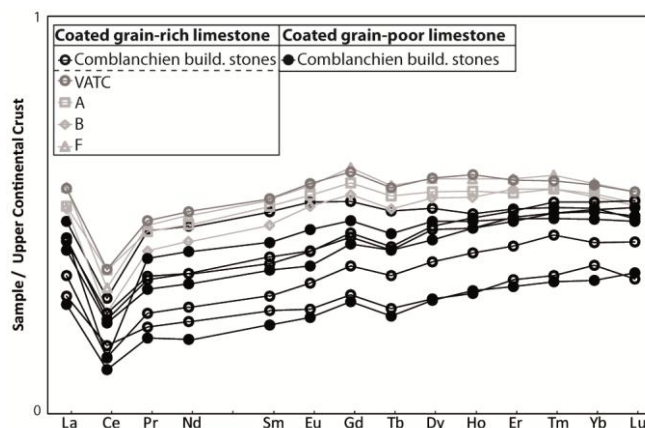


Fig. 5. Upper Continental Crust-normalized Rare Earth Elements patterns for the Comblanchien limestone, VATC, and A, B and F samples. Normalisation values from Rudnick and Gao, 2003. **Fig. 5.** Spectres de Terres Rares normalisés à la croûte supérieure continentale du calcaire de Comblanchien, des échantillons VATC et A, B et F. Valeurs de normalisation de Rudnick and Gao, 2003.

6. Discussion

6.1. Variability within the Comblanchien limestone

The Comblanchien limestone samples define a rather homogeneous population. Nevertheless, small heterogeneities occur in the data. Petrographically, the most prominent feature is the presence or the absence of coated grains in the samples. Actually, coated grains were only observed in the intermediate layers of the exploited strata and can thus be considered as a good marker of these layers. Geochemically, the stable isotope compositions of some samples from the SETP quarry are distinguished from the others by lower $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ values. In particular, the negative $\delta^{13}\text{C}$ value, which corresponds to the lowest $\delta^{18}\text{O}$ value (sample SETP6d), has to be related to a secondary effect because no negative value is to date documented in sedimentary elements from Bathonian sequences (see Fig. 9-E in Brigaud et al., 2009). Interestingly, there is no correlation between the petrographic peculiarity (presence of coated grains) and the isotopic anomaly (low $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ values). These two features should thus relate to two independent processes that did not significantly alter the whole rock chemical compositions or the Nd isotope compositions. Both are indeed invariant throughout the Comblanchien population.

	Detection limit	Analytical uncertainty	ROC B1	PB 3.5	PB 8	SETP 3	SETP 19	SETP 6d	CMB BvB	CMB B5a	VATC	A	B	F
SiO ₂ (wt.%)	0.5	10%	0.60	b.d.d.	0.54	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	0.51	b.d.d.	0.53	0.65	b.d.d.	b.d.d.
Al ₂ O ₃	0.02	25%	0.31	0.25	0.29	0.17	0.18	0.21	0.27	0.16	0.28	0.44	0.08	0.06
Fe ₂ O ₃	0.01	5%	0.1	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.2	0.2	0.1	0.1
MnO	0.0005	10%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	0.01	0.01	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	0.01	b.d.d.	b.d.d.
MgO	0.02	10%	0.61	0.62	0.55	0.61	0.53	0.37	0.62	0.62	0.28	0.33	0.27	0.24
CaO	0.035	2%	54.4	54.9	54.5	55.0	55.1	55.1	54.5	55.1	55.0	54.8	55.7	55.6
Na ₂ O	0.03	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
K ₂ O	0.01	25%	0.08	0.07	0.07	0.05	0.05	0.06	0.07	0.05	0.03	0.03	0.01	0.01
TiO ₂	0.001	25%	0.03	0.02	0.03	0.02	0.02	0.02	0.03	0.02	0.02	0.03	0.02	0.01
P ₂ O ₅	0.05	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
LOI			43.43	43.46	43.45	43.76	43.48	43.57	43.53	43.62	43.43	43.36	43.30	43.59
Total			99.22	98.69	99.15	99.38	98.92	98.92	99.39	99.18	99.27	99.77	98.87	99.22
As (ppm)	1.10	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Ba	1.50	25%	4.66	4.04	4.68	3.45	16.63	5.92	4.12	2.95	1.87	3.10	2.38	1.68
Be	0.40	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Bi	0.10	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Cd	0.12	25%	b.d.d.	b.d.d.	0.14	b.d.d.	b.d.d.	0.13	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	0.14	0.14
Ce	0.10	10%	2.04	1.91	1.41	1.23	1.23	2.44	1.83	1.07	3.41	3.38	2.07	2.73
Co	0.35	25%	0.72	0.69	0.76	0.74	0.98	1.03	0.77	0.71	0.76	0.88	0.68	0.71
Cr	4.00	25%	4.50	5.03	4.34	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	4.68	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Cs	0.15	25%	0.35	0.29	0.33	0.18	0.18	0.21	0.33	0.16	b.d.d.	0.20	b.d.d.	b.d.d.
Cu	4.50	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Dy	0.007	10%	0.33	0.35	0.15	0.23	0.37	0.43	0.30	0.15	0.60	0.52	0.48	0.60
Er	0.003	10%	0.23	0.24	0.11	0.16	0.22	0.25	0.22	0.10	0.35	0.30	0.31	0.35
Eu	0.004	10%	0.07	0.07	0.03	0.05	0.09	0.12	0.06	0.03	0.15	0.13	0.11	0.14
Ga	0.20	25%	0.35	0.29	0.32	b.d.d.	b.d.d.	0.27	0.32	b.d.d.	0.36	0.64	b.d.d.	b.d.d.
Gd	0.02	10%	0.31	0.33	0.16	0.22	0.38	0.47	0.29	0.15	0.67	0.59	0.51	0.70
Ge	0.11	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Hf	0.030	25%	0.08	0.07	0.08	0.05	0.06	0.06	0.08	0.05	0.08	0.09	0.04	b.d.d.
Ho	0.001	25%	0.07	0.08	0.03	0.05	0.08	0.09	0.07	0.04	0.13	0.11	0.10	0.13
In	0.10	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
La	0.06	5%	2.3	2.4	1.2	1.6	2.4	2.9	2.1	1.1	4.2	3.5	3.4	4.3
Lu	0.001	10%	0.03	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.02	0.04	0.04	0.04	0.04
Mo	0.30	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Nb	0.06	15%	0.34	0.28	0.37	0.19	0.24	0.25	0.32	0.19	0.25	0.32	0.06	b.d.d.
Nd	0.03	10%	1.39	1.39	0.80	0.94	1.79	2.39	1.23	0.65	2.84	2.43	2.02	2.71
Ni	4.50	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Pb	0.90	10%	b.d.d.	1.01	b.d.d.	b.d.d.	1.09	1.84	1.12	b.d.d.	1.00	1.91	b.d.d.	0.91
Pr	0.008	10%	0.35	0.34	0.20	0.23	0.44	0.60	0.30	0.17	0.67	0.59	0.47	0.64
Rb	0.30	25%	2.84	2.35	2.63	1.71	1.58	2.12	2.50	1.38	0.81	1.32	b.d.d.	b.d.d.
Sb	0.10	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Sm	0.007	10%	0.29	0.27	0.16	0.19	0.34	0.49	0.25	0.13	0.57	0.53	0.42	0.57
Sn	0.40	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Sr	1.40	5%	193.3	218.1	169.0	211.3	172.3	129.9	199.9	198.7	144.9	142.1	121.0	90.1
Ta	0.015	15%	0.02	0.02	0.03	b.d.d.	0.02	0.02	0.02	b.d.d.	0.02	0.03	b.d.d.	b.d.d.
Tb	0.004	5%	0.0	0.0	0.0	0.0	0.1	0.1	0.0	0.0	0.1	0.1	0.1	0.1
Th	0.02	15%	0.25	0.20	0.19	0.12	0.13	0.14	0.21	0.10	0.35	0.41	0.14	0.17
Tm	0.005	10%	0.03	0.04	0.02	0.02	0.03	0.03	0.03	0.01	0.05	0.04	0.04	0.05
U	0.03	15%	1.12	1.06	1.22	0.75	1.23	0.62	1.07	1.26	0.48	0.68	0.23	0.35
V	0.45	25%	3.38	3.24	3.42	3.64	2.65	3.68	3.81	2.70	3.17	3.88	1.59	1.85
W	0.20	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Y	0.40	25%	4.56	5.34	2.08	3.44	4.88	4.34	4.46	2.11	6.79	5.47	6.54	7.67
Yb	0.003	10%	0.21	0.23	0.11	0.14	0.19	0.21	0.21	0.09	0.28	0.25	0.24	0.29
Zn	14.00	25%	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.	b.d.d.
Zr	0.80	25%	2.91	2.43	3.09	1.84	2.08	2.21	3.43	1.78	2.67	3.63	1.43	b.d.d.
¹⁴³ Nd/ ¹⁴⁴ Nd			0.512192	0.512195	0.512161	0.512210	0.512172	0.512152	0.512215	0.512191	0.512165	0.512176	0.512197	0.512187

Table 2. Whole rock chemical compositions (major and trace elements) and ¹⁴³Nd/¹⁴⁴Nd isotopic ratios of the limestones (samples of Comblanchien, samples VATC, and A, B, and F). b.d.d.: below detection limit. **Tableau 2** Compositions chimiques (en éléments majeurs et

traces) et rapports isotopiques en $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ en roche totale des différents calcaires (Comblanchien, VATC, et A, B, et F). b.d.d.: en dessous de la limite de détection.

The Sr content of sample SETP6d lower than that of the other SETP samples may reflect some alteration. In carbonate rocks, as the Comblanchien limestone, the main causes of heterogeneities are lateral and vertical variations of facies, variations in deposition environment, variations of the terrigenous input and of the diagenetic overprint. The latter may be related to heterogeneities in fluid circulations during compaction and re-crystallization controlled by variations in porosity and permeability. For the Comblanchien limestone, it is reasonable to exclude effects of recent weathering to explain the differences of some SETP samples because the rocks of lesser quality are excluded from the commercial channels. Likewise, local isotopic perturbations due to climatic effects during deposition are likely negligible because of the relatively short time span recorded by the studied sequence.

The specific isotopic signature of some SETP samples is not restricted to given layers in the sequence, but is rather characteristic of the SETP quarry as a whole. As a consequence, the alteration lowering both $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ values of some SETP samples should relate to the location of the SETP quarry on a map-scale fault (Fig. 1B). A possible explanation for the isotopic alteration of the SETP samples is therefore preferential fluid flow along the fault. Such fluid-rock interactions might have occurred either as early as the diagenetic history of the limestones or later during the Cenozoic tectonic activity of the area (Rocher et al., 2003), depending on the age of the fault. Both contexts are indeed capable of lowering the isotopic signatures through carbonate-water interactions.

There are some implications of the above observations in the context of building stones characterization. Because coated grains are restricted to intermediate layers, they represent good markers of these layers. By extension, as they locate within intermediate layers, it becomes possible to assign a precise stratigraphic origin for the coated grain-bearing Comblanchien limestone. In addition, because stable isotope anomalies are restricted to the SETP samples, it is possible to guarantee that a given sample with such anomaly (taken for example from a recent building) comes from that specific quarry. Finally, the so-called Granité, which form the top of the sequences worked in *Rocamat*, *Pierre Bourguignonnes* and *SETP* quarries, appears as a strict equivalent of the Comblanchien limestone. So, even if the Granité was sold as a building stone, which is actually not the case as it is used to make aggregates, one would have had difficulties in discriminating between the Granité and the

Comblanchien limestone with the tools used here. This illustrates the difficulty to precisely define commercial building stones.

Our study is restricted to the four quarries near the Comblanchien village. It is therefore not possible to ascertain that no other quarry, in the Paris Basin or the Jura, mining the Comblanchien Formation, could or not sale limestones with the same petrographical, geochemical and paleontological characteristics as the present Comblanchien limestone.

6.2. *Comblanchien versus VATC limestones*

The VATC sample displays similarities with some Comblanchien limestones, both petrographically and geochemically. Most of the qualitative and quantitative characteristics of the VATC sample can be recognized in some Comblanchien limestones. Actually, as foraminifera *Meyendorffina (Kilianina) bathonica* and *Orbitammina elliptica* (Delance, 1964) are absent from VATC, the faunal content could constitute an efficient tool of discrimination. However the determination of foraminifer species can only be made by specialists and dating using biozones requires strong expertise. So the present strategy constitutes an alternative and quite easily accessible method of discrimination.

Only the few Comblanchien samples from the intermediate coated grain-bearing layers with a sparitic cement compare to VATC. From petrographic observations alone, it is thus impossible to discriminate between the coated grain-bearing Comblanchien and VATC limestones. Conversely, coated grain-free building stones from Comblanchien cannot be confused with VATC type ones, and petrography alone seems there discriminative.

VATC sample has O and C isotope compositions in the range defined by the Comblanchien limestone. In details, a single Comblanchien sample (SETP6d) has a $\delta^{13}\text{C}$ lower than that of the VATC sample. Considering the large number of analyses of the Comblanchien limestones, one could say that the $\delta^{13}\text{C}$ tool is a rather good marker, but not absolute since a negative $\delta^{13}\text{C}$ value does not guarantee the VATC origin. To circumvent this uncertainty, one could follow an isotopic reasoning in which the negative $\delta^{13}\text{C}$ value of sample SETP6d is accompanied by a lower $\delta^{18}\text{O}$ relative to the other Comblanchien samples, this peculiar $\delta^{18}\text{O}$ being absent from the VATC sample. One could then argue that the low $\delta^{13}\text{C}$ values of SETP6d and VATC samples reflect distinct processes, a fluid-related one (as discussed above) and a primary signature one, respectively.

The efficient discrimination between the Comblanchien limestone and the VATC sample comes from a combination of analytical methods. VATC is coated grain-bearing, as

do some Comblanchien limestones (11 samples, which coated grain contents are highlighted in bold in Table 1). The latter have $\delta^{13}\text{C}$ values between +1.75 and +2.25‰ (bold values in Table 1), well above the VATC value (-0.4‰). In addition, the chemical compositions of 8 Comblanchien samples (Table 2) differ from that of the VATC sample, especially for MgO and REE (see also fig. 5). Thus, we infer that the combination of the coated grains and $\delta^{13}\text{C}$ tools is efficient and sufficient to discriminate between Comblanchien and VATC.

6.3. *Origin of the erratic samples A, B and F*

Samples A, B and F were collected on a building site near Paris in early 2010. On this site, building stones were assumed to come from the Comblanchien area. Our previous results provide some clues confirming that these samples did not origin from the Comblanchien area. Indeed, coated grain-bearing samples A, B and F have $\delta^{13}\text{C}$ values between +0.41 and -1.55‰, which are different from the Comblanchien coated grain-bearing limestone isotopic characteristics.

Finally, from our results the question to know if samples A, B and F come from Portugal as does sample VATC can also be addressed. At this stage, it is somewhat hazardous to conclude since the intrinsic petrographical and geochemical variabilities of VATC cannot be defined from a single sample. Nevertheless, sample VATC and samples A, B and F share many petrographical (sparitic cement, coated grains as clasts) and geochemical characteristics (low to negative $\delta^{13}\text{C}$ value, identical $\delta^{18}\text{O}$ value, low MgO, Ba and Sr content, high REE and Y content), so that all these samples likely share the same Portuguese provenance.

7. Conclusions

This work provides some useful tools to fingerprint the Comblanchien building limestone extracted from quarries near the Comblanchien village. Among the Comblanchien limestones, it was possible to recognize different building stones, some being coated grain-bearing (intermediate layers) or coated grain-free and others being specific of a quarry (SETP) cut by a map-scale fault.

The study further shows that simple combined petrographical and geochemical analyses are useful to distinguish the Comblanchien limestone from some of its commercial analogues. Actually, the difference between the coated grain-bearing Comblanchien limestone

and the VATC Portuguese limestone is based on the double observation of coated grain as clasts and of distinctive $\delta^{13}\text{C}$ values. Chemical compositions also display characteristics that are consistent with this conclusion. On the other hand, the coated grain-free Comblanchien limestone cannot be confused with VATC. Based on these results, we show that samples of unknown provenance can be certified as non-Comblanchien limestone.

As such an approach may provide a robust tool for discriminating between currently mined limestones of different provenances, the study opens the possibility to fingerprint current limestones and to attach them identity cards, and if required commercial labels.

References

Les références bibliographiques de cet article ont été intégrées à celles de l'ensemble de la thèse.

3. Compléments de l'article concernant la caractérisation du calcaire de Comblanchien, la comparaison Comblanchien/VATC et la provenance de A, B et F

Les photographies de tous les bancs de toutes les carrières étudiées sont présentées dans l'Annexe AV. Pour compléter cette caractérisation du calcaire de Comblanchien, des normalisations par rapport aux compositions modales, géochimiques élémentaires et radiogéniques ont été effectuées (Fig. 112 et 113).

3.1. Comparaisons modales

Nous pouvons distinguer les échantillons comblanchiens sans grains enrobés (spectres oranges ; valeur égale à 0 dans Fig. 112) des échantillons du calcaire de Comblanchien riche en grains enrobés (spectres verts ; valeur égale à 1 dans Fig. 112).

L'échantillon VATC (spectre rouge) est riche en grains enrobés. Ce spectre rouge de l'échantillon VATC rentre dans la gamme de variation des échantillons riches en grains enrobés. Donc, il est bien distinct d'une partie des échantillons comblanchiens (spectres oranges) mais est bien similaire aux autres échantillons comblanchiens (spectres verts) possédant des grains enrobés.

Les spectres noirs correspondant aux échantillons A, B et F sont pratiquement en recouvrement avec les spectres verts et oranges des échantillons comblanchiens ainsi que le

spectre rouge de l'échantillon VATC. Cependant, les teneurs en grains enrobés de ces échantillons A, B et F sont relativement élevés. Donc, ils sont aussi similaires aux bancs comblanchiens riches en grains enrobés et au VATC. De plus, ils possèdent des valeurs en pellets, foraminifères, ostracodes, gastéropodes et coraux (spectres noirs) égales aux gammes de variations du Comblanchien (spectres verts) et du VATC (spectre rouge ; Fig. 112).

Ceci confirme que l'utilisation de l'analyse modale seule ne permet pas la distinction de tous les bancs comblanchiens avec l'un de ses analogues commerciaux, VATC. De plus, elle ne permet pas de retrouver la provenance d'échantillons.

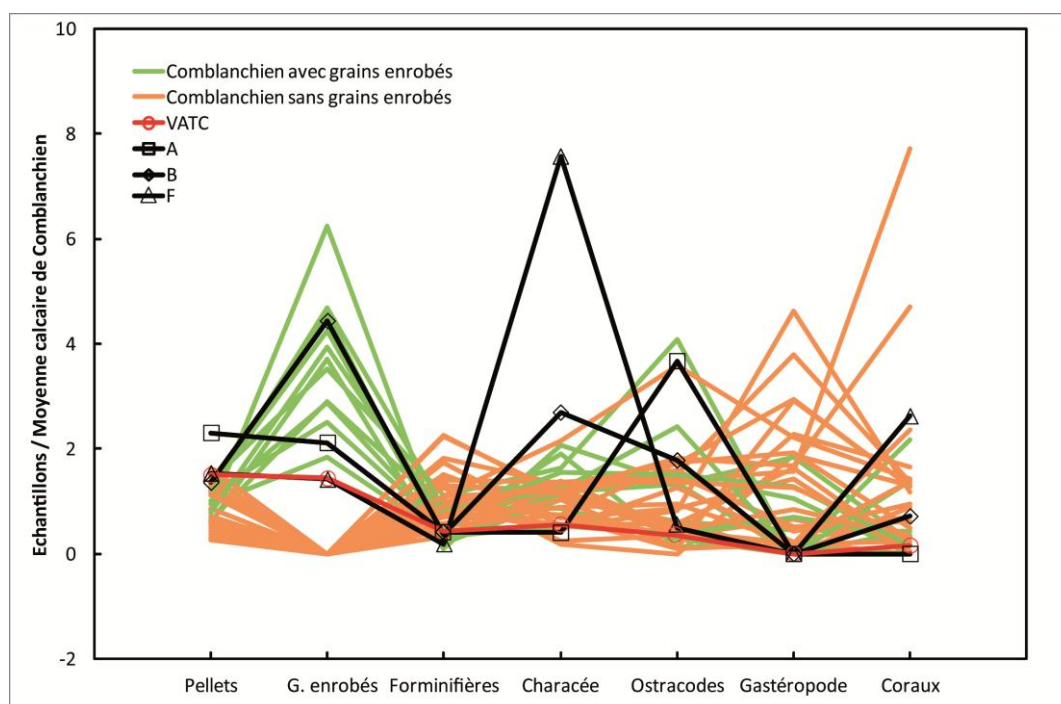


Fig. 112 : Spectres des compositions modales des échantillons de Comblanchien, VATC, A, B et F normalisés à la moyenne du calcaire de Comblanchien.

3.2. Comparaisons géochimiques

Le spectre normalisé des compositions chimiques illustrent le recouvrement de quelques uns des éléments chimiques des échantillons comblanchiens, du VATC et de A, B et F ($\delta^{18}\text{O}$, Al_2O_3 , Fe_2O_3 , CaO , TiO_2 , Ba, Co, Cs, Hf, Nb, V, Zr et Nd ; Fig. 113). La majorité des éléments chimiques sont soit discriminants entre quelques échantillons du calcaire de Comblanchien et le VATC (e.g. MgO , K_2O , Ce, Sm, Terres Rares ; Fig. 84), soit entre tous les échantillons comblanchiens et son analogue (e.g. $\delta^{13}\text{C}$; Fig. 113). L'allure des spectres des échantillons A, B et F est très ressemblante à l'allure du spectre de VATC (Fig. 113). De plus,

leurs valeurs en MgO, K₂O, Ce, Sm, Terres Rares et $\delta^{13}\text{C}$ sont similaires à celles de l'échantillon VATC (Fig. 113).

Ces deux graphes normalisés illustrent et confirment bien les conclusions majeures de l'article (section 2 de ce même chapitre) : (1) une combinaison d'une analyse pétrographique (observations et modes) et d'une analyse géochimique (principalement $\delta^{13}\text{C}$) distingue tous les échantillons du calcaire de Comblanchien avec l'un de ses analogues commerciaux, VATC ; (2) l'analyse géochimique élémentaire complète et confirme cette distinction (e.g. MgO et Terres Rares) ; et (3) les échantillons A, B et F, collectés sur un chantier de construction près de Paris, ne sont pas d'origines comblanchiennes mais se rapprocheraient de la pierre de construction portugaise, VATC.

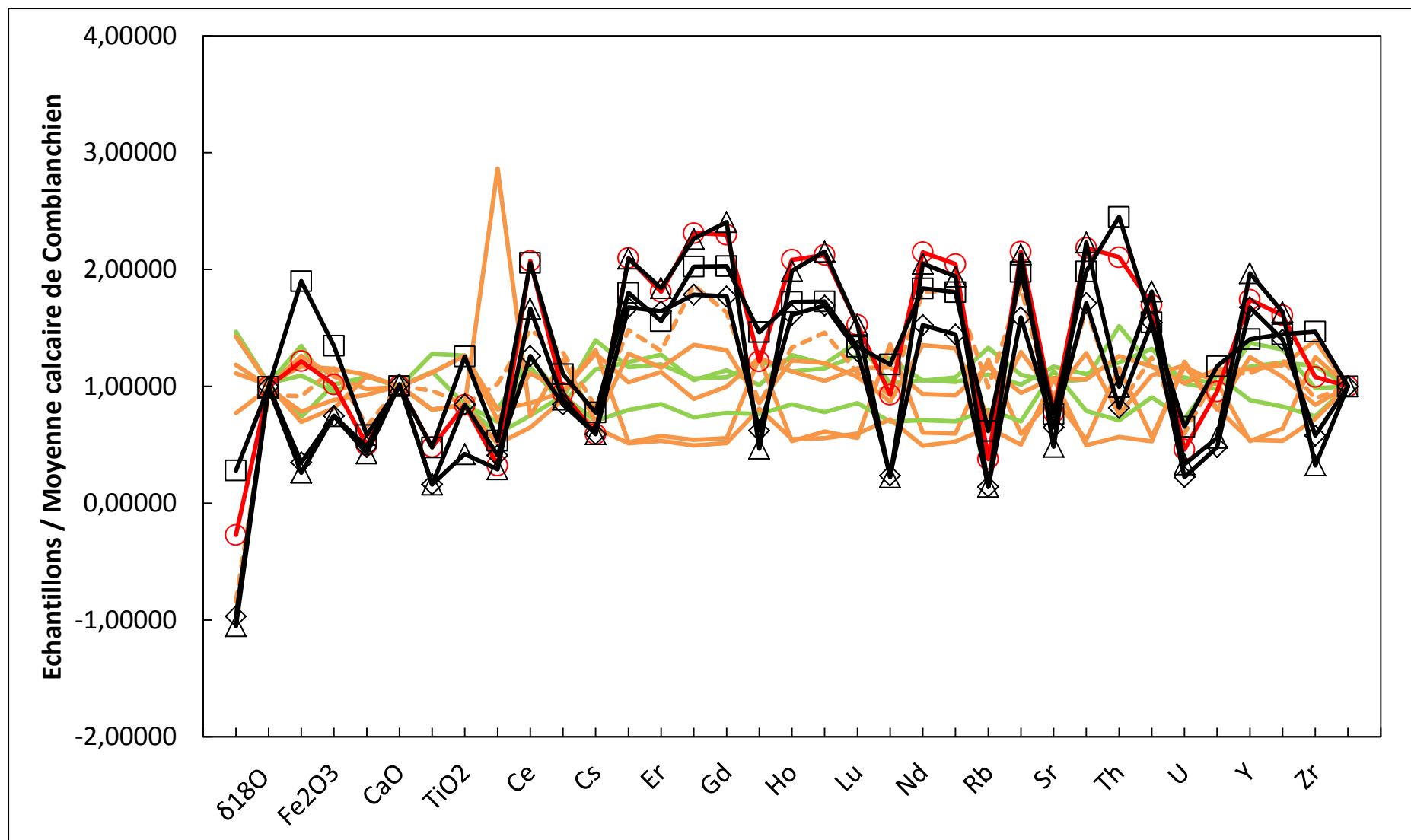


Fig. 113 : Spectres multi-élémentaires des compositions des échantillons de Comblanchien, VATC, A, B et F normalisés à la moyenne du calcaire de Comblanchien. Le spectre en tirets oranges correspond à l'échantillon SETP6d. Voir légende Figure 112.

Conclusions :

Au sein de la même formation sédimentaire, la carrière SETP possède une signature isotopique différente de celle des autres carrières. Cette différence résulte vraisemblablement de la présence d'une faille et des circulations de fluides qui ont pu s'effectuer le long du plan de faille. Cette carrière possède une signature spécifique et donc discriminante permettant d'identifier les matériaux provenant de cette carrière. Donc, il serait possible d'assigner le nom exact d'une carrière (en l'occurrence SETP) à un échantillon donné.

Grâce à cet exemple de caractérisation du calcaire de Comblanchien, nos résultats démontrent qu'une distinction entre deux populations d'échantillons appartenant à deux formations sédimentaires différentes, mais relativement proches temporellement (Comblanchien et VATC), peut être faite grâce, notamment, à la combinaison du pourcentage de grains enrobés et de la valeur en $\delta^{13}\text{C}$ mais aussi, secondairement, par certains éléments chimiques (e.g. MgO et quelques Terres Rares ; Fig. 114). Ces éléments sont les traceurs discriminants pour une comparaison des calcaires Comblanchien/VATC.

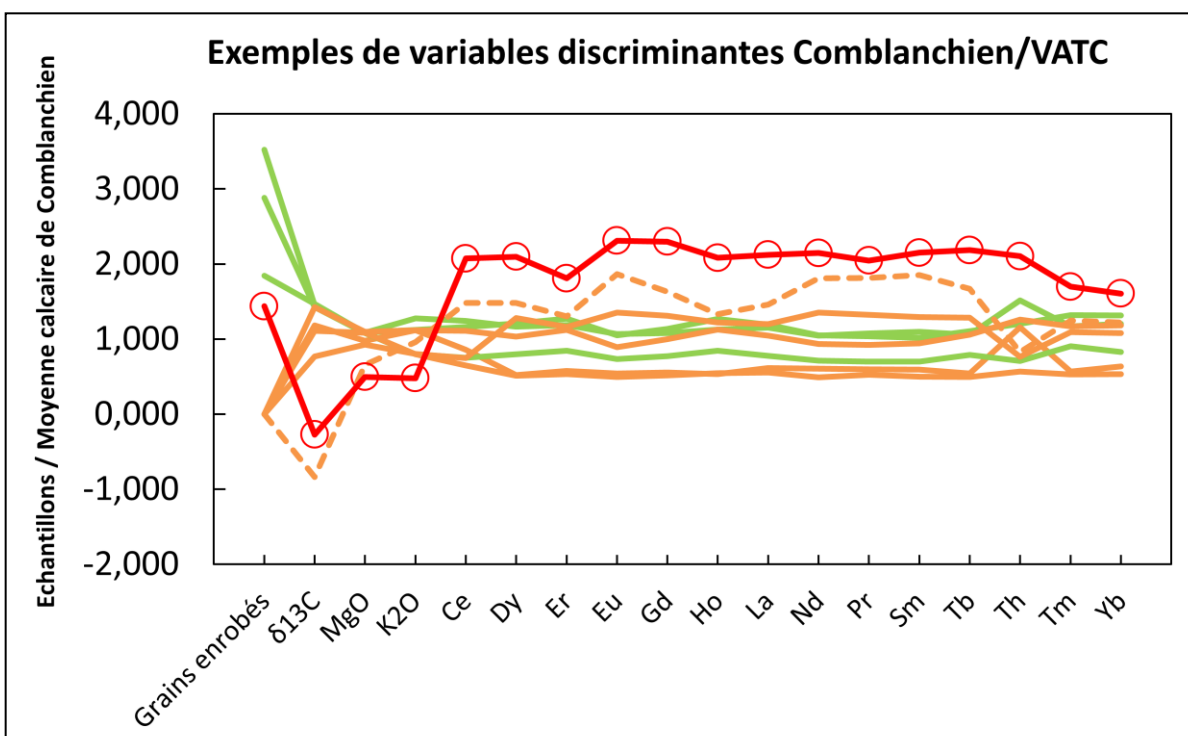


Fig. 114 : Spectres multi-élémentaires illustrant quelques variables discriminantes entre le calcaire de Comblanchien riche en grains enrobés (en vert) et pauvre en grains enrobés (en orange) et l'échantillon VATC (en rouge).

Chapitre 6.
Analyse
statistique

Le chapitre précédent concernait un traitement « manuel » des données grâce à des comparaisons objectives des gammes de variation de chacune des variables définies sur une population de référence (calcaire de Comblanchien) et sur un échantillon (erratique ou étranger). La démarche de ce chapitre statistique, relatif au calcaire de Comblanchien, est similaire à celle suivie dans le chapitre 4 concernant l'analyse statistique sur les pierres de type granitique. Le but de ce présent chapitre est donc d'effectuer un traitement statistique (ACP, CAH et AFD) pour vérifier les hypothèses de dissimilarité (échantillons étranger et erratiques) en recherchant les variables les plus discriminantes dans l'hypothèse de dissimilarité.

1. Introduction

Une analyse statistique complète (ACP, CAH et AFD) doit être réalisée sur des échantillons possédant des données complètes. Dans notre cas, nous disposons de données pétrologiques et géochimiques complètes sur huit échantillons de calcaire de Comblanchien, un échantillon de l'analogue commercial (VATC) et trois échantillons erratiques (A, B et F). Comme démontré dans le chapitre 4, une ACP effectuée à partir d'un set complet de données retient les mêmes variables discriminantes que le traitement « manuel » des données (comparaisons entre les gammes de variations des variables définies d'une population de référence et celles d'un échantillon erratique ou étranger). Donc, les données d'entrée injectées dans l'ACP sont uniquement les variables identifiées dans le chapitre précédent permettant la distinction calcaire de Comblanchien/VATC : grains enrobés, $\delta^{13}\text{C}$, MgO et REE (Tableau 14). Les échantillons de calcaire de Comblanchien sont nos échantillons de référence. Les échantillons VATC, A, B et F sont injectés dans les modèles statistiques comme étant des échantillons supplémentaires. Les procédures statistiques sont décrites dans l'Annexe AIV.

Echantillons	Grains enrobés	$\delta^{13}\text{C}$	Ce	Dy	Er	Eu	Gd	Ho	La	Lu	Nd	Pr	Sm	Tb	Tm	Yb	MgO
ROCB1	13	2,17	2,039	0,334	0,227	0,067	0,312	0,072	2,307	0,034	1,385	0,353	0,292	0,047	0,031	0,21	0,61
PB3.5	25	2,14	1,909	0,346	0,243	0,066	0,329	0,081	2,385	0,037	1,391	0,341	0,27	0,049	0,035	0,229	0,61
PB8	0	1,75	1,407	0,149	0,11	0,034	0,161	0,034	1,225	0,015	0,799	0,196	0,158	0,024	0,015	0,111	0,55
SETP3	20	2,11	1,231	0,229	0,162	0,046	0,224	0,054	1,556	0,023	0,941	0,23	0,186	0,035	0,024	0,144	0,61
SETP19	0	1,14	1,225	0,367	0,222	0,085	0,379	0,078	2,401	0,029	1,789	0,435	0,344	0,057	0,029	0,188	0,52
SETP6d	0	-1,24	2,436	0,425	0,249	0,117	0,472	0,085	2,917	0,03	2,392	0,596	0,493	0,074	0,033	0,213	0,37
CMBBvb	0	2,1	1,825	0,296	0,215	0,056	0,289	0,072	2,092	0,031	1,234	0,303	0,251	0,047	0,031	0,206	0,62
CMBB5a	0	1,64	1,065	0,147	0,102	0,031	0,149	0,035	1,111	0,016	0,649	0,173	0,133	0,022	0,014	0,093	0,61
VATC	10	-0,4	3,405	0,601	0,346	0,145	0,665	0,133	4,246	0,041	2,839	0,672	0,572	0,097	0,045	0,28	0,28
A	15	0,41	3,375	0,516	0,298	0,127	0,587	0,11	3,451	0,036	2,43	0,593	0,526	0,088	0,041	0,252	0,33
B	31	-1,43	2,067	0,48	0,314	0,112	0,512	0,103	3,381	0,035	2,016	0,474	0,423	0,076	0,041	0,244	0,27
F	9,9	-1,55	2,733	0,6	0,352	0,142	0,696	0,127	4,304	0,041	2,711	0,637	0,566	0,099	0,048	0,285	0,24

Tableau 14 : Liste des échantillons et des variables utilisées dans les modèles statistiques.

2. Résultats statistiques

2.1. L'Analyse en Composantes Principales (ACP)

L'ACP est effectuée pour vérifier la dissimilarité entre les échantillons de calcaire de Comblanchien (points noirs ; Fig. 115) et l'échantillon VATC (point gris ; Fig. 115) et pour tenter d'assigner une provenance aux échantillons erratiques A, B et F. Les composantes principales F1 et F2 expliquent 87,8% de la variance totale et sont corrélées avec six variables (Fig. 116 et Tableau 15). Les six variables discriminantes sont : les grains enrobés, $\delta^{13}\text{C}$, Ce, Sm, Yb et MgO (Tableau 15). La variable Sm est celle qui contribue le plus sur l'axe F1 (22,3%) et la variable « grains enrobés » contribue à 86,9% sur l'axe F2.

Sur le plan défini par F1 et F2, les échantillons de Comblanchien diffèrent des échantillons VATC, A, B et F (Fig. 85). L'échantillon SETP6d est un peu excentré par rapport au regroupement des échantillons de Comblanchien.

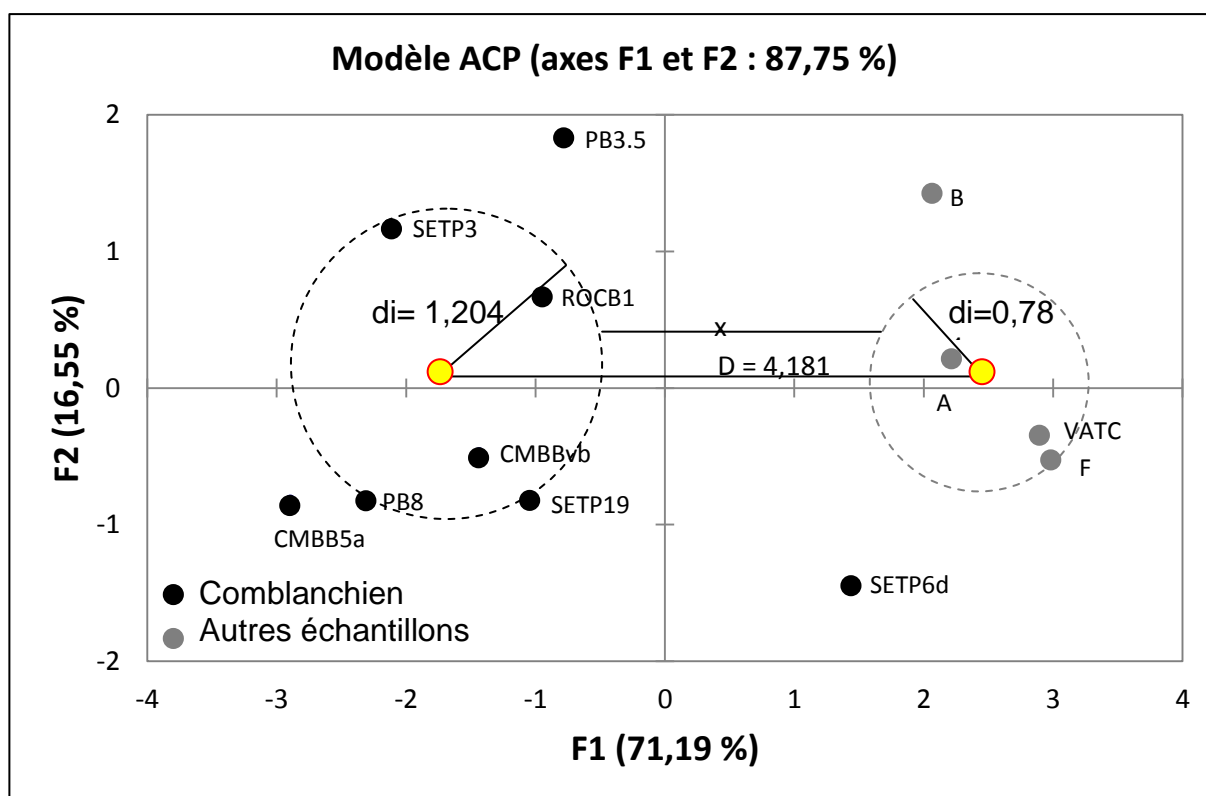


Fig. 115 : ACP finale sur les échantillons de Comblanchien, VATC, A, B et F (12 échantillons pour 6 variables discriminantes).

Variables	F1 (%)	F2 (%)
Grains enrobés	2,302	86,918
$\delta^{13}\text{C}$	17,312	5,228
Ce	18,468	0,036
Sm	22,268	1,843
Yb	18,896	4,108
MgO	20,753	1,867

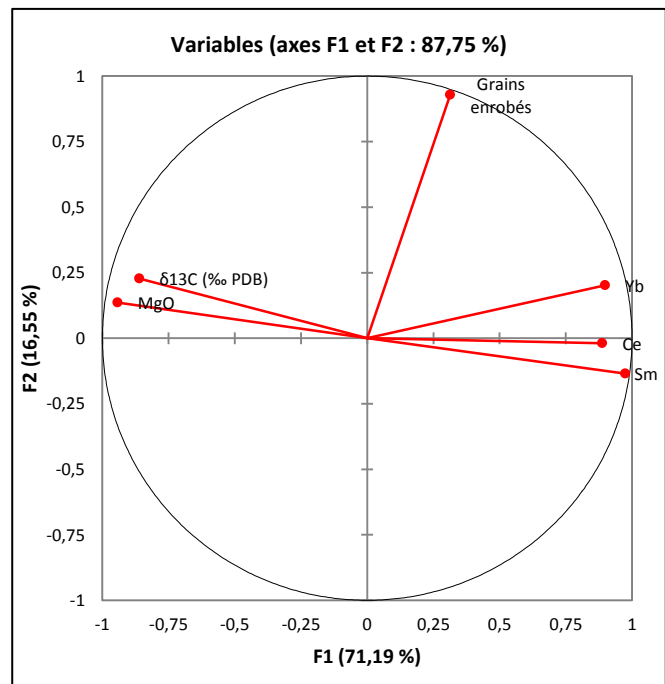


Tableau 15 et Fig. 116 : Récapitulatif des contributions des six variables discriminantes sur les axes F1 et F2.

La distance relative, utilisée pour estimer le degré de confiance à laquelle une hypothèse est vérifiée, est donnée par le rapport x/D (Annexe AIV, partie 1.1 ; Chapitre 4). Dans le cas étudié, il est égal à 53%. Les échantillons VATC, A, B et F seraient donc distincts de la population du calcaire de Comblanchien avec un écart de 53%.

2.2. La Classification Ascendante Hiérarchique (CAH)

La CAH met en évidence les résultats de notre ACP en produisant un arbre de classification binaire (dendrogramme ; Fig. 117). Deux classes principales se dessinent sur le dendrogramme : une première classe d'échantillons définie par les échantillons de Comblanchien et une deuxième classe définie par les échantillons SETP6d, VATC, A, B et F. La majorité des échantillons de Comblanchien sont donc distincte des échantillons VATC, A, B et F (Fig. 117). Dans la deuxième classe, nous pouvons observer que l'échantillon SETP6d n'appartient pas au sous-groupe défini par les échantillons VATC, A, B et F. Cet échantillon qui n'est donc pas classé dans le groupe défini par les échantillons de Comblanchien diffère également des échantillons VATC, A, B et F. La variable $\delta^{13}\text{C}$ apporte une forte contribution sur l'axe F1 (17,3%). Or, l'échantillon SETP6d possède une valeur négative comparable à celle des échantillons VATC, A, B et F (*Chapitre 5*). La position excentrée de SETP6d

s'expliquerait par le fait que la variable $\delta^{13}\text{C}$ est très discriminante et possède un poids relatif dans le modèle ACP très important.

Sur le dendrogramme, les échantillons VATC et F possèdent des valeurs de dissimilarité proches de 0. Ces échantillons sont donc très similaires ; la provenance de l'échantillon F semble pouvoir être rattachée à celle de l'échantillon VATC. Par contre, les échantillons B et A possèdent des valeurs de dissimilarité avec le sous-groupe « VATC et F » légèrement plus élevées (~ 1-2%). Ces échantillons B et A semblent être légèrement différents de VATC et F.

D'après les résultats de l'ACP et de la CAH, VATC et F sont de même origine (Portugaise). Cependant, la combinaison ACP et CAH montre une ambiguïté sur la provenance des échantillons A et B même si elle semble être rattachée à celle de l'échantillon VATC. Un test d'appartenance, l'AFD, doit permettre de lever cette ambiguïté.

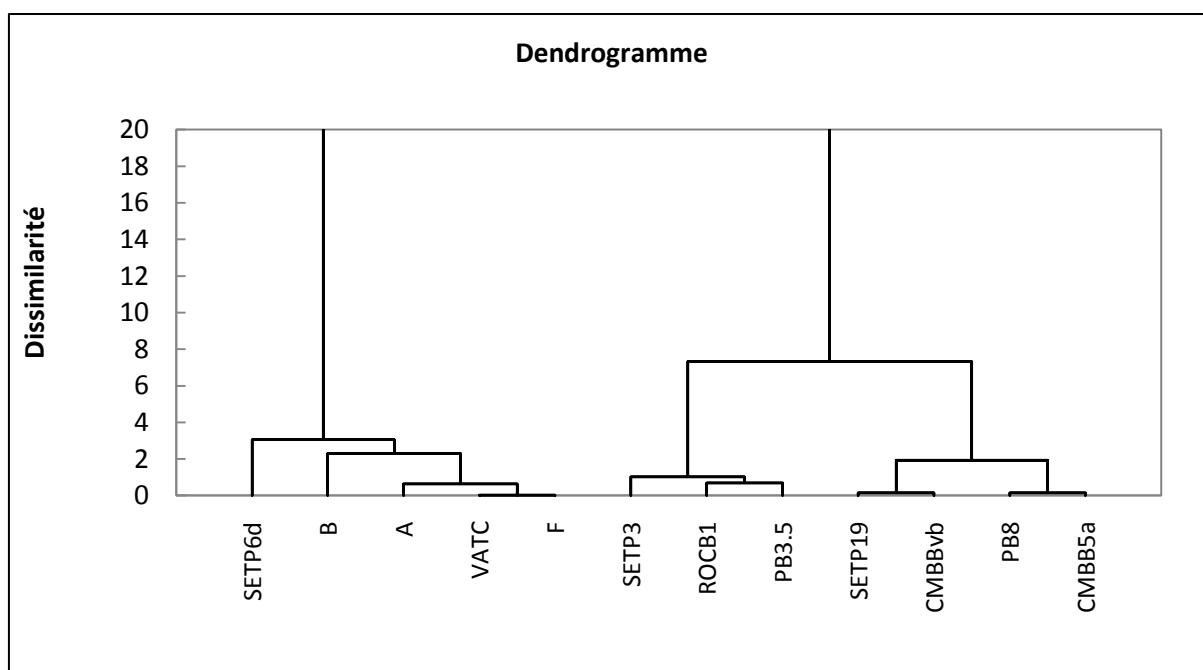


Fig. 117: Dendrogramme de CAH. Les racines, formées par les classes apparaissant selon un axe horizontal (échantillons), sont connectées à différents niveaux de dissimilarité le long d'un axe vertical.

2.3. L'Analyse Factorielle Discriminante (AFD)

L'AFD est un test d'appartenance d'un échantillon à une population de référence connue et prédéfinie. Pour effectuer une AFD, il faut disposer de deux populations de référence définies et d'un échantillon à tester. D'après les résultats de l'ACP et de la CAH, VATC et F sont de même origine (Portugaise). Nous possédons donc deux populations de référence :

Comblanchien et Portugal. La combinaison ACP et CAH a montré une ambiguïté concernant la provenance des échantillons A et B même si elle semble plutôt être rattachée à celle de l'échantillon VATC. Nous essayons grâce à l'AFD de définir à quelle population de référence appartiennent les échantillons A et B. Les échantillons de Comblanchien, VATC et F sont des échantillons d'estimations (de référence). Les deux échantillons A et B sont des échantillons de validation. L'AFD fonctionne avec des variables quantitatives et une ou des variables qualitatives. Les variables quantitatives utilisées ici sont les six variables retenues par l'ACP : Grains enrobés, $\delta^{13}\text{C}$, Ce, Sm, Yb et MgO. La localisation des échantillons correspond à la variable qualitative. Les variables d'entrée d'AFD sont présentées dans le Tableau 16.

Echantillons	Grains Enrobés	$\delta^{13}\text{C}$	Ce	Sm	Yb	MgO	Localisation
ROCB1	13	2,17	2,039	0,292	0,21	0,61	Comblanchien
PB3.5	25	2,14	1,909	0,27	0,229	0,61	Comblanchien
PB8	0	1,75	1,407	0,158	0,111	0,55	Comblanchien
SETP3	20	2,11	1,231	0,186	0,144	0,61	Comblanchien
SETP19	0	1,14	1,225	0,344	0,188	0,52	Comblanchien
SETP6d	0	-1,24	2,436	0,493	0,213	0,37	Comblanchien
CMBBvb	0	2,10	1,825	0,251	0,206	0,62	Comblanchien
CMBB5a	0	1,64	1,065	0,133	0,093	0,61	Comblanchien
VATC	10	-0,40	3,405	0,572	0,28	0,28	Portugal
F	9,9	-1,55	2,733	0,566	0,285	0,24	Portugal
A	15	0,41	3,375	0,526	0,252	0,33	Portugal
B	31	-1,43	2,067	0,423	0,244	0,27	Portugal

Tableau 16 : Variables d'entrée du modèle d'AFD.

L'hypothèse de départ de notre AFD est un test d'appartenance des échantillons A et B à la population de référence Portugal.

La première étape de notre AFD est d'estimer la cohésion des groupes de référence grâce à une matrice de confusion (Annexe AIV, partie 1.3). D'après cette matrice, il n'y a pas d'erreurs de localisation à l'intérieur des groupes de référence (Tableau 17) ce qui implique que l'échantillon SETP6d est bien reconnu comme étant du Comblanchien malgré sa position excentrée par rapport au groupe Comblanchien.

de \ Vers	Comblanchien	Portugal	Total	% correct
Comblanchien	8	0	8	100,00%
Portugal	0	2	2	100,00%
Total	8	2	10	100,00%

Tableau 17 : Matrice de confusion des échantillons d'estimations.

Le Tableau 18 et la Fig. 118 présentent les résultats de l'AFD. La deuxième colonne de ce Tableau présente la classification indiquée avant l'AFD (a priori), correspondant à la localisation dans le Tableau 15, et la classification après l'AFD (a posteriori). Ces deux classifications indiquent le même résultat. Il n'y a donc pas d'erreurs de provenance des échantillons à l'intérieur des groupes de référence.

La troisième colonne présente les probabilités d'appartenance de chaque échantillon par rapport aux groupes de référence, soit Comblanchien $Pr(Cbl)$ soit Portugal $Pr(Port)$. Lorsque la probabilité est égale à 1, l'échantillon appartient à ce groupe de référence. Cette colonne confirme aussi les résultats obtenus par la matrice de confusion des échantillons d'estimations (Tableau 17) : il n'y a pas d'erreur de localisation à l'intérieur des groupes de référence.

D'après les résultats de l'AFD, les échantillons A et B sont d'origine portugaise (classification a posteriori et probabilité d'appartenance égale à 1 pour le Portugal ; Tableau 18).

Echantillons	A priori	A posteriori	Pr(Cbl)	Pr(Port)
ROCB1	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
PB3.5	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
PB8	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
SETP3	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
SETP19	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
SETP6d	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
CMBBvb	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
CMBB5a	Comblanchien	Comblanchien	1,000	0,000
VATC	Portugal	Portugal	0,000	1,000
F	Portugal	Portugal	0,000	1,000
A	Portugal	Portugal	0,000	1,000
B	Portugal	Portugal	0,000	1,000

Tableau 18 : Résultats de l'AFD. Classifications a priori et a posteriori et probabilités d'appartenance à l'un des deux groupes de référence.

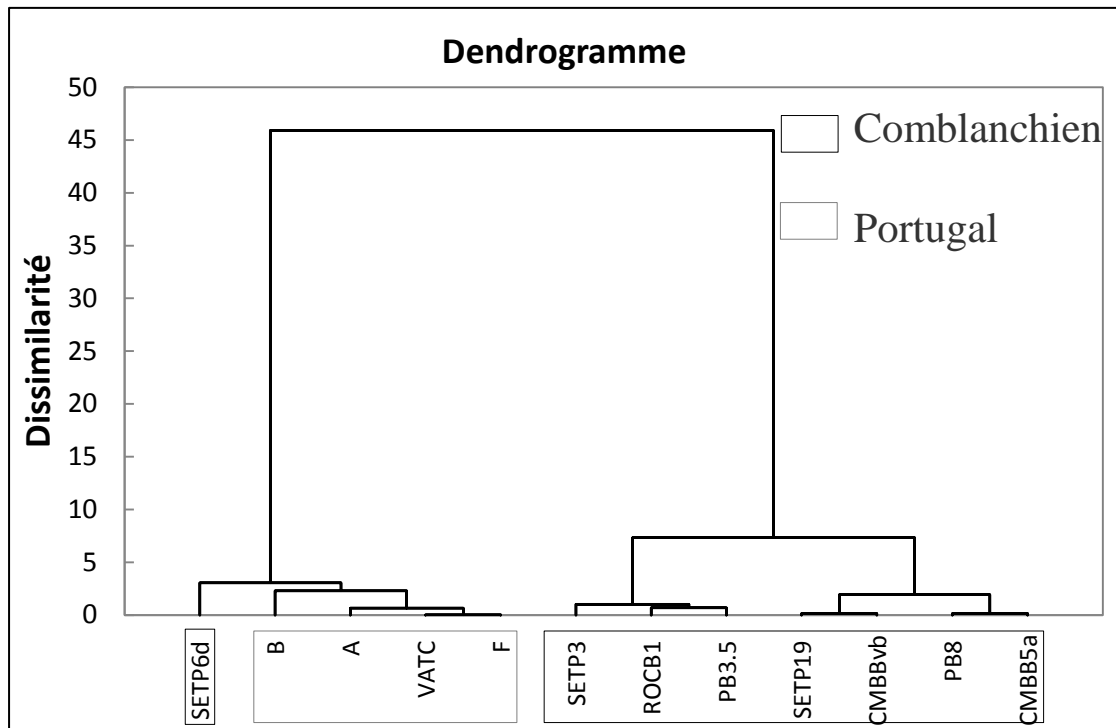


Fig. 118: Dendrogramme de la CAH effectuée sur les 8 échantillons de Comblanchien et les 4 échantillons VATC, A, B et F.

Conclusions :

Cette analyse statistique confirme les conclusions du chapitre 5 concernant la comparaison du calcaire de Comblanchien avec l'échantillon VATC : cette discrimination est possible grâce à l'utilisation de traceurs discriminants - pétrologie (grains enrobés) et géochimie ($\delta^{13}\text{C}$, Ce, Sm, Yb et MgO). Ces variables retenues sont des variables modales et géochimiques.

Les comparaisons statistiques des échantillons A, B et F avec le calcaire de Comblanchien et le VATC concluent que ces échantillons ne sont pas comblanchiens mais sont proposés comme provenant du Portugal. Donc, nous pouvons retrouver dans ce cas d'étude la provenance des pierres de construction de type sédimentaire de nature carbonatée.

Partie III :
Synthèse et
discussion générale

Partie III : Synthèse et discussion générale

SOMMAIRE

<i>Chapitre 7 : Fiches d'identité des pierres de construction françaises étudiées</i>	<i>301</i>
<i>Chapitre 8 : Etablissement d'un protocole analytique</i>	<i>319</i>
<i>Chapitre 9 : Discussion</i>	<i>331</i>

Chapitre 7.
Fiches d'identité
des pierres de
construction
françaises étudiées

Les chapitres précédents présentent les caractérisations des pierres naturelles de construction françaises à différents échelles d'observations et les comparaisons avec certains de leurs analogues commerciaux étrangers. Ce chapitre est une synthèse des caractéristiques de chacune des pierres naturelles de construction françaises étudiées dans cette étude. Cette synthèse se présente sous forme de fiches d'identités qui seront les premiers éléments pour constituer une base de données de caractérisation des pierres naturelles de construction françaises de type granitique et de type sédimentaire (carbonatée). Cette base de données pourra être couplée à la lithothèque du CTMNC regroupant ainsi toutes les caractéristiques de l'ensemble des roches de construction et ornementales extraites aujourd'hui en France.

Les fiches d'identité sont exhaustives et complétées par toutes les analyses effectuées précédemment en fonction de la nature de la pierre de construction :

- de type granitique : observations macroscopiques et minéralogiques, analyse modale, analyse géochimique en éléments majeurs, traces et isotopes radiogéniques et analyse des propriétés magnétique.
- de type sédimentaire : observations macroscopiques et minéralogiques, analyse modale, analyse géochimique en éléments majeurs, traces et isotopes stables.

Ces fiches d'identité associées à une pierre de construction française doivent servir de base pour posséder une fiche caractéristique d'une pierre donnée, et ainsi pouvoir permettre de répondre à trois principales questions : (1) comment certifier la provenance d'une pierre naturelle ?, (2) comment distinguer entre des pierres éventuellement concurrentes, en termes d'activité commerciale, et d'éventuelles pierres analogues étrangères concurrentes des pierres françaises ?, et (3) comment discuter, si possible établir, la précision de la provenance (échelles échantillon, carrière, intrusion, province) ?

Un tel enjeu implique tout d'abord de bien caractériser une pierre de construction donnée, sur l'étude d'une population de référence représentative de la pierre considérée. Cela doit en outre permettre de quantifier la variabilité des différents paramètres morphologiques, pétrologiques, chimiques ou magnétiques susceptibles de caractériser la pierre. La recherche des variables, ou traceurs, discriminants doit être ensuite affinée et validée en comparant des caractéristiques d'une population de référence (par exemple Louvigné) avec celles des pierres à tester (par exemple QE échantillon espagnol). Un bon traceur est un paramètre facile à mettre en œuvre (technicité et savoir faire limité, temps et coût d'analyse raisonnables), objectif (sans perturbation de l'opérateur), indépendant, reproductible mais surtout discriminant (où la gamme de variation est la plus faible afin de n'avoir aucun recouvrement de gamme entre deux échantillons à comparer). Cette recherche de traceurs est présentée dans les parties I et II.

FICHE D'IDENTITE DU GRANIT GRIS SILVERSTAR DU TARN

OBSERVATIONS MACROSCOPIQUES

Roche
grise-blanche
à gros grains
(2 à 5 cm)



Enclave surmicacée

Enclave microgrenue

Filons d'aplités et de pegmatites

MODE & MINERALOGIE

+ Biotite, Zircon,
Apatite, Opaques,
Muscovite, Sphène,
Prennite et Chlorite

$r = 68,2 \pm 3,3$ (n=10)

GRANODIORITE

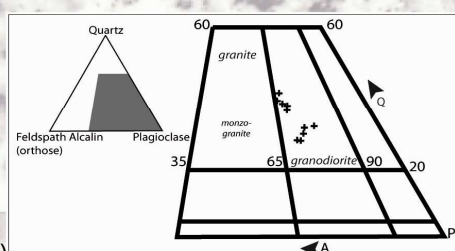
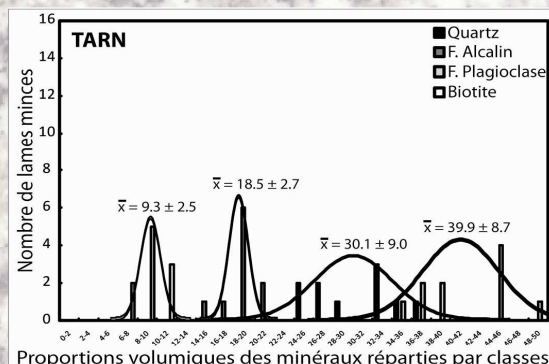


DIAGRAMME DE
STRECKEISEN (1974)

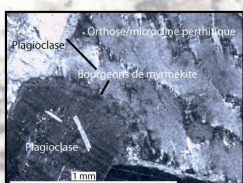


Proportions volumiques des minéraux répartis par classes

HISTOGRAMME DES PROPORTIONS DES
PHASES MINERALES PRIMAIRES REPARTIES PAR CLASSES



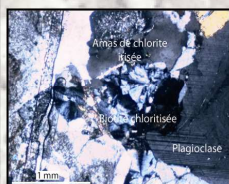
ALTERATION F.PLAGIOCLASE
BIOTITE CHLORITISEE



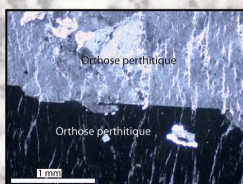
B. MYRMEKITE, F.PLAGIOCLASE
ET ORTHOSE PERTHITIQUE



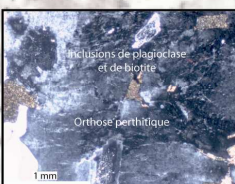
ALTERATION F.PLAGIOCLASE
BIOTITE CHLORITISEE



BIOTITE CHLORITISEE
ET AMAS DE CHLORITE IRISEE



ORTHOSE PERTHITIQUE



INCLUSIONS DE F.PLAGIOCLASE
ET BIOTITE DANS ORTHOSE PERTH.

Signature modale (vol.%):

Quartz = 24,1 - 36,5

F. Alcalins = 15,5 - 20,1

F. Plagioclase = 34,1 - 46,7

Biotite = 7,2 - 11,1

Accessoires = 1,8 - 2,8

+ 2 pics de fréquences cumulées sur
biotite (8-10 vol%) et felds. alcalin (18-20 vol%)

GEOCHIMIE

● ELEMENTS MAJEURS

Caractéristiques chimiques

- Granodiorite
- Peralumineux
- Calco-alcalin fortement potassique
- Limite Ferrière/Magnésien

Signature géochimique en éléments majeurs (wt.%):

SiO₂ = 70,48 - 72,26

TiO₂ = 0,25 - 0,32

Al₂O₃ = 14,37 - 15,03

Fe₂O₃ = 2,20 - 2,70

MnO = 0,05 - 0,06

MgO = 0,55 - 0,72

CaO = 2,19 - 2,37

Na₂O = 3,26 - 3,46

K₂O = 3,74 - 4,12

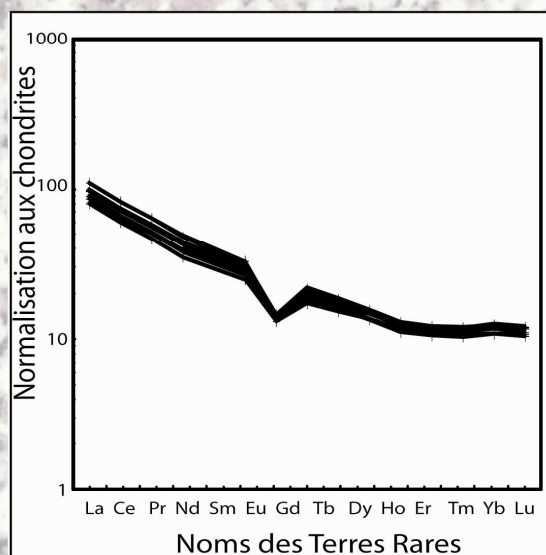
P₂O₅ = 0,09 - 0,11

PF = 0,29 - 1,07

FICHE D'IDENTITE DU GRANIT GRIS SILVERSTAR DU TARN

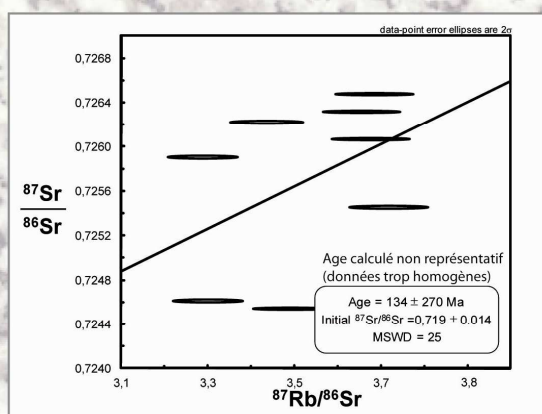
● ELEMENTS EN TRACES

$$\left(\frac{Eu}{Eu^*}\right)_{TARN} = 0,59$$

SPECTRES DES TERRES RARES
NORMALISES AUX CHONDRITESSignature géochimique en
éléments en traces (ppm):

As = 1,20 (b.d.d.) - 4,41	Mo = 0,35 (b.d.d.) - 0,64
Ba = 460,70 - 509,20	Nb = 9,44 - 12,17
Be = 3,17 - 3,90	Nd = 16,88 - 23,48
Bi = 0,43 - 0,93	Ni = 4,50 (b.d.d.) - 4,99
Cd = 0,15 (b.d.d.) - 0,28	Pb = 28,23 - 31,52
Ce = 38,97 - 53,45	Pr = 4,90 - 6,28
Co = 2,77 - 3,55	Rb = 146,60 - 162,10
Cr = 16,18 - 31,79	Sb = 0,14 - 0,23
Cs = 7,62 - 10,59	Sm = 3,86 - 5,14
Cu = 5,00 (b.d.d.)	Sn = 6,87 - 7,89
Dy = 3,46 - 3,99	Sr = 126,80 - 145,60
Er = 1,77 - 2,04	Ta = 1,55 - 1,80
Eu = 0,77 - 0,85	Tb = 0,58 - 0,70
Ga = 17,63 - 20,44	Th = 9,87 - 13,68
Gd = 3,51 - 4,54	Tm = 0,27 - 0,31
Ge = 1,50 - 1,66	U = 4,66 - 7,53
Hf = 3,09 - 3,83	V = 10,10 - 13,75
Ho = 0,63 - 0,74	W = 0,25 - 0,33
In = 0,10 (b.d.d.)	Y = 20,34 - 23,47
La = 19,88 - 27,38	Yb = 1,80 - 2,09
Lu = 0,29 - 0,31	Zn = 49,13 - 65,16
	Zr = 97,61 - 122,80

● ISOTOPES RADIOGENIQUES



DIAGRAMMES DES RAPPORTS ISOTOPIQUES EN Rb/Sr

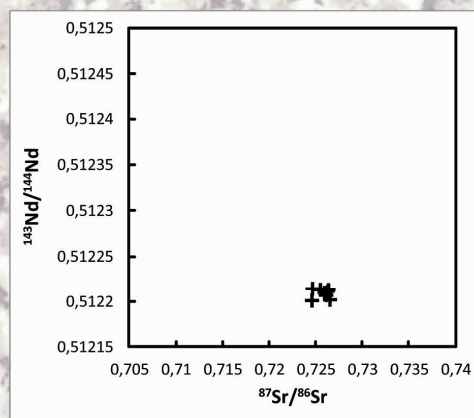
Signature géochimique en isotopes Sr/Rb et Sm/Nd:

$$^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr} = 3,288482 - 3,717733$$

$$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr} = 0,724545 - 0,726476$$

$$^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd} = 0,125904 - 0,132536$$

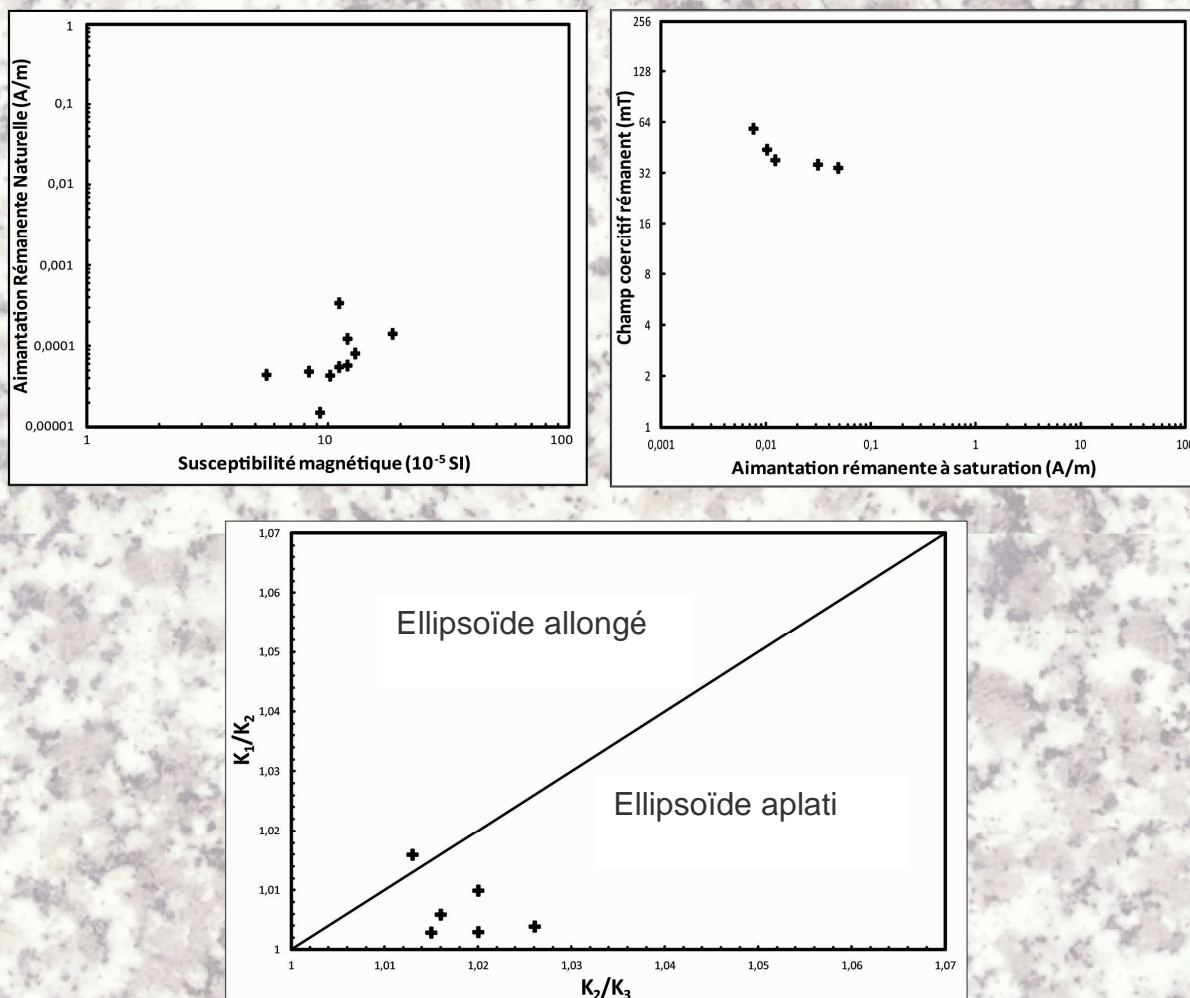
$$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0,512202 - 0,512215$$



DIAGRAMMES DES RAPPORTS ISOTOPIQUES EN Sr ET Nd

FICHE D'IDENTITE DU GRANIT GRIS SILVERSTAR DU TARN

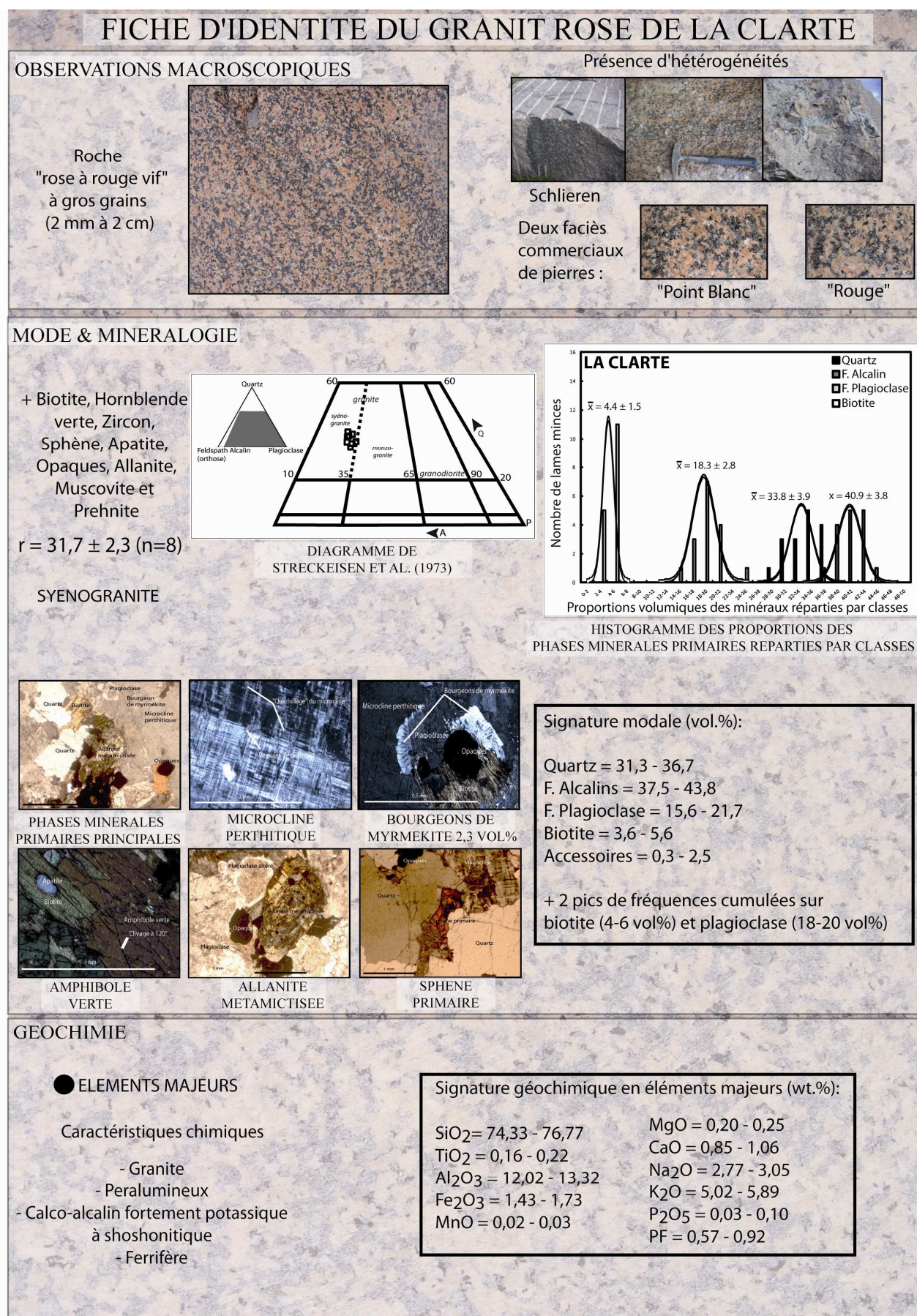
MAGNETISME



Signature magnétique :

$\chi = 5,6 - 18,5 \cdot 10^{-5}$ SI $K_1/K_2 = 1,00 - 1,02$
 ARN = 0,0000153 - 0,000342 A/m $K_2/K_3 = 1,01 - 1,03$

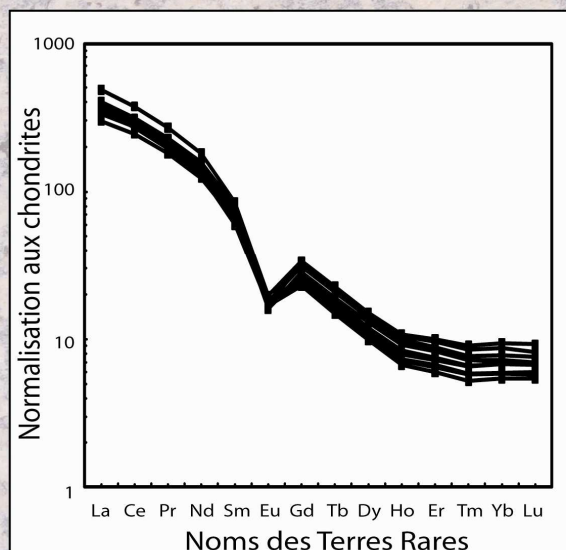
Jrs = 0,0076 - 0,049 A/m + rémanence et paramagnétisme (Hys.)
 Hcr = 34,5 - 58,9 mT + Pyrrhotite et Magnétite



FICHE D'IDENTITE DU GRANIT ROSE DE LA CLARTE

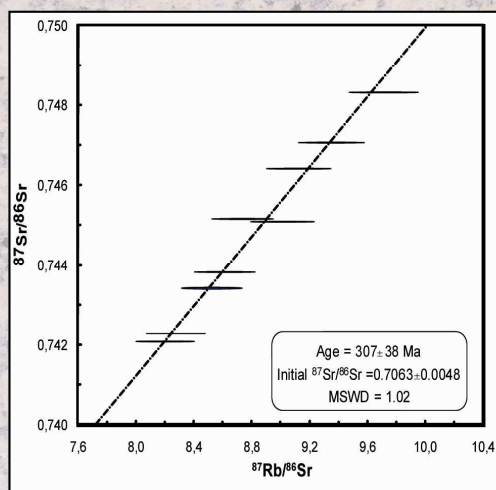
● ELEMENTS EN TRACES

$$\left(\frac{Eu}{Eu^*}\right)_{LA\ CLARTE} = 0,39$$

SPECTRES DES TERRES RARES
NORMALISES AUX CHONDRITESSignature géochimique en
éléments en traces (ppm):

As = 2,56 - 5,60	Mo = 0,48 - 10,26
Ba = 96,00 - 134,60	Nb = 11,38 - 20,54
Be = 4,60 - 7,14	Nd = 58,45 - 85,52
Bi = 0,10 (b.d.d.)	Ni = 4,50 (b.d.d.)
Cd = 0,15 (b.d.d.) - 0,16	Pb = 28,42 - 32,69
Ce = 155,90 - 238,10	Pr = 17435 - 25,97
Co = 0,85 - 1,03	Rb = 208,1 - 263,10
Cr = 18,93 - 25,59	Sb = 0,20 (b.d.d.) - 0,28
Cs = 3,41 - 4,93	Sm = 9,16 - 13,05
Cu = 5,00 (b.d.d.)	Sn = 1,01 - 2,20
Dy = 2,49 - 3,82	Sr = 69,08 - 81,45
Er = 0,99 - 1,65	Ta = 0,72 - 1,64
Eu = 0,92 - 1,14	Tb = 0,55 - 0,85
Ga = 18,32 - 20,88	Th = 119,70 - 153,50
Gd = 4,67 - 6,88	Tm = 0,13 - 0,23
Ge = 1,28 - 1,48	U = 15,98 - 33,36
Hf = 4,76 - 6,61	V = 2,51 - 3,34
Ho = 0,38 - 0,613	W = 0,36 - 0,92
In = 0,10 (b.d.d.)	Y = 10,28 - 16,85
La = 73,05 - 118,00	Yb = 0,90 - 1,55
Lu = 0,14 - 0,23	Zn = 17,98 - 23,24
	Zr = 146,70 - 199,00

● ISOTOPES RADIOGENIQUES



DIAGRAMMES DES RAPPORTS ISOTOPIQUES EN Rb/Sr

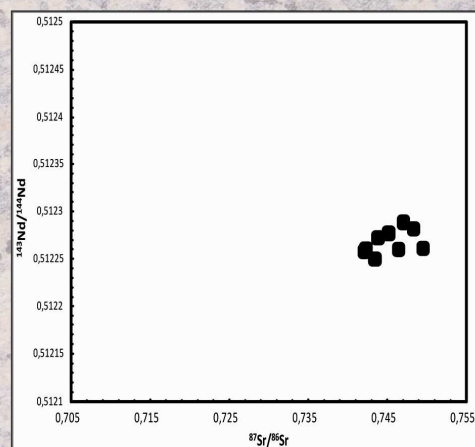
Signature géochimique en isotopes Sr/Rb et Sm/Nd:

$$^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr} = 8,20299 - 9,71345$$

$$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr} = 0,74209 - 0,74913$$

$$^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd} = 0,08679 - 0,10012$$

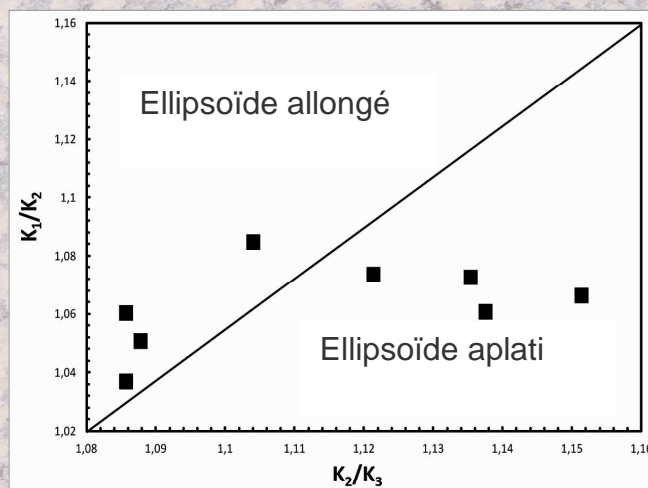
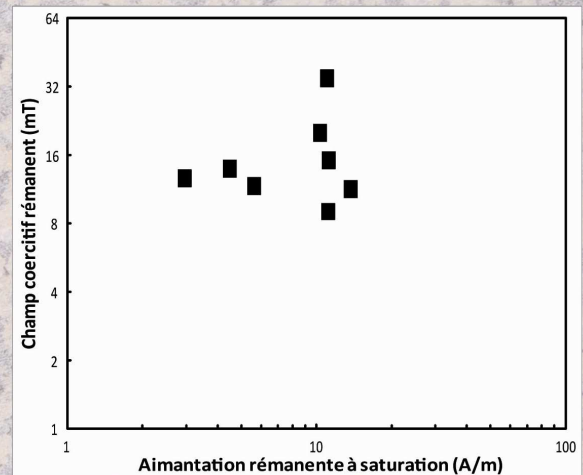
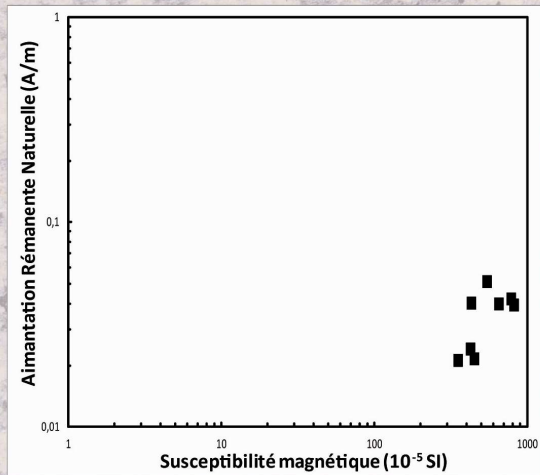
$$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0,51225 - 0,51229$$



DIAGRAMMES DES RAPPORTS ISOTOPIQUES EN Sr ET Nd

FICHE D'IDENTITE DU GRANIT ROSE DE LA CLARTE

MAGNETISME



Signature magnétique :

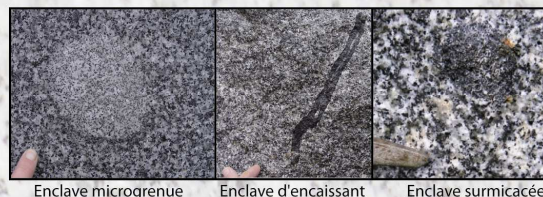
$\chi = 144,4 - 1206 \cdot 10^{-5}$ SI $K_1/K_2 = 1,01 - 1,15$
 $ARN = 0,00544 - 0,09731$ A/m $K_2/K_3 = 1,02 - 1,23$

$Jrs = 2,41 - 15,13$ A/m + rémanence, para/dia-magnétisme (Hys.)
 $Hcr = 8,892 - 38,64$ mT + Magnétite

FICHE D'IDENTITE DU GRANIT GRIS BLEU DE LOUVIGNE

OBSERVATIONS MACROSCOPIQUES

Roche
grise-blanche
à grains moyens
(1 à 5 mm)



Grande densité d'enclaves au m²
3,53 ± 0,35

MODE & MINERALOGIE

+ Biotite, Zircon,
Titanite, Apatite,
Opaques, Tourmaline,
Cordiérite, Muscovite,
Prehnite, Chlorite
et Epidotes

$r = 67,7 \pm 3,3$ (n=18)

Variations
GRANITE/GRANODIORITE

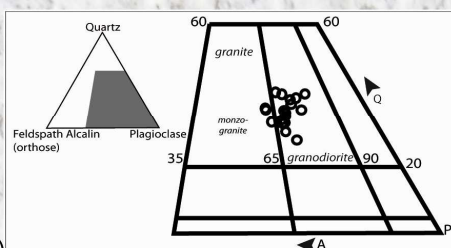
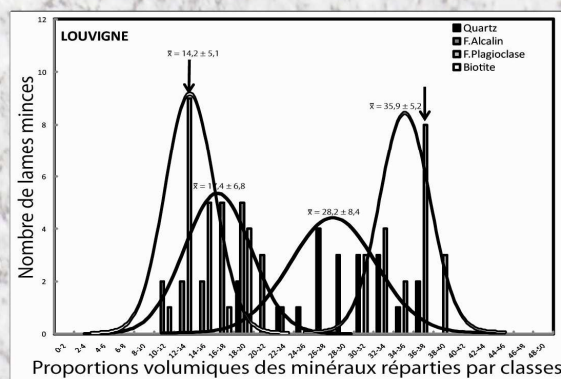
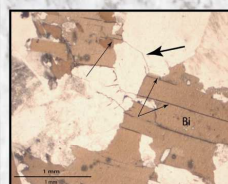


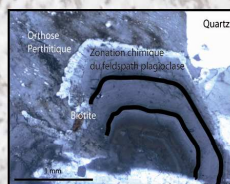
DIAGRAMME DE
STRECKEISEN ET AL. (1973)



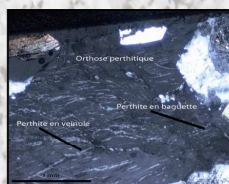
HISTOGRAMME DES PROPORTIONS DES
PHASES MINÉRALES PRIMAIRES RÉPARTIES PAR CLASSES



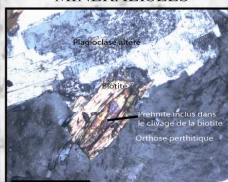
MICRO-FRACTURES
MINÉRALISÉES



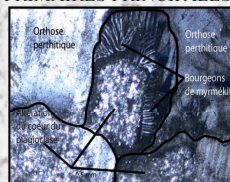
PHASES MINÉRALES
PRIMAIRES PRINCIPALES



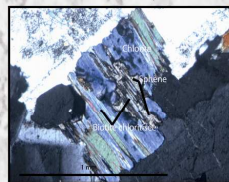
ORTHOSE
PERTHITIQUE



PREHNITE DANS UN
CRISTAL DE BIOTITE



BOURGEONS DE MYRMEKITE
3,7 VOL%



ALTÉRATION
DE LA BIOTITE

Signature modale (vol.%):

Quartz = 24,1 - 33,9
F. Alcalins = 11,2 - 22,7
F. Plagioclase = 31,8 - 39,3
Biotite = 11,6 - 19,7
Accessoires = 0,4 - 4,7

+ 2 pics de fréquences cumulées sur
biotite (12-14 vol%) et plagioclase (36-38 vol%)

GEOCHIMIE

● ELEMENTS MAJEURS

Caractéristiques chimiques

- Granodiorite
- Peralumineux
- Calco-alcalin fortement potassique
- Ferrière

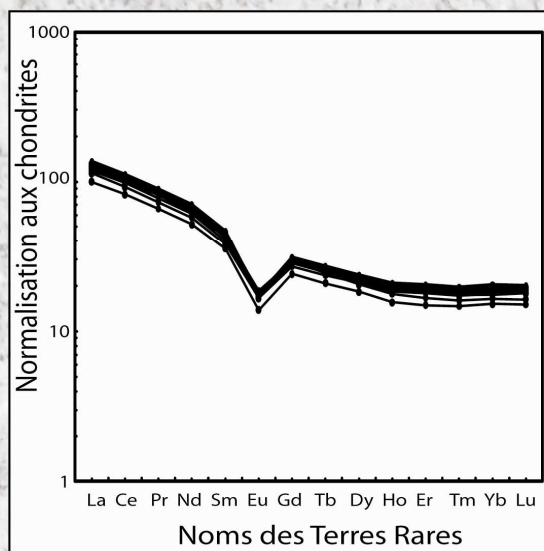
Signature géochimique en éléments majeurs (wt.%):

SiO₂ = 66,20 - 68,79
TiO₂ = 0,63 - 0,76
Al₂O₃ = 14,74 - 15,51
Fe₂O₃ = 4,10 - 4,87
MnO = 0,05 - 0,06
MgO = 1,21 - 1,54
CaO = 1,91 - 2,55
Na₂O = 3,37 - 3,62
K₂O = 3,59 - 4,02
P₂O₅ = 0,19 - 0,27
PF = 0,82 - 1,53

FICHE D'IDENTITE DU GRANIT GRIS BLEU DE LOUVIGNE

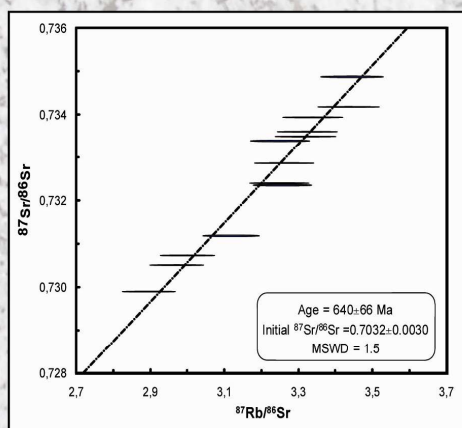
● ELEMENTS EN TRACES

$$\left(\frac{Eu}{Eu^*}\right)_{\text{LOUVIGNE}} = 0,49$$

SPECTRES DES TERRES RARES
NORMALISES AUX CHONDRITESSignature géochimique en
éléments en traces (ppm):

As = 2,34 - 15,87	Mo = 0,55 - 2,58
Ba = 592,20 - 739,80	Nb = 8,36 - 10,31
Be = 1,53 - 2,83	Nd = 27,44 - 32,92
Bi = 0,11 - 0,31	Ni = 11,22 - 26,43
Cd = 0,19 - 0,27	Pb = 18,28 - 21,70
Ce = 58,59 - 70,67	Pr = 7,05 - 8,54
Co = 7,00 - 9,59	Rb = 124,00 - 143,40
Cr = 37,55 - 51,44	Sb = 0,13 - 0,26
Cs = 5,64 - 9,78	Sm = 5,91 - 7,08
Cu = 10,52 - 19,96	Sn = 2,96 - 5,92
Dy = 5,09 - 6,12	Sr = 110,90 - 127,60
Er = 2,69 - 3,33	Ta = 0,83 - 1,00
Eu = 0,95 - 1,08	Tb = 0,88 - 1,03
Ga = 18,77 - 21,26	Th = 9,22 - 12,16
Gd = 5,50 - 6,29	Tm = 0,40 - 0,52
Ge = 1,44 - 1,59	U = 2,69 - 4,65
Hf = 5,19 - 6,44	V = 38,65 - 49,15
Ho = 0,97 - 1,23	W = 0,82 - 1,76
In = 0,10 (b.d.d.)	Y = 27,78 - 36,28
La = 27,77 - 33,73	Yb = 2,62 - 3,47
Lu = 0,40 - 0,50	Zn = 57,11 - 74,90
	Zr = 186,80 - 234,00

● ISOTOPES RADIOGENIQUES



DIAGRAMMES DES RAPPORTS ISOTOPIQUES EN Rb/Sr

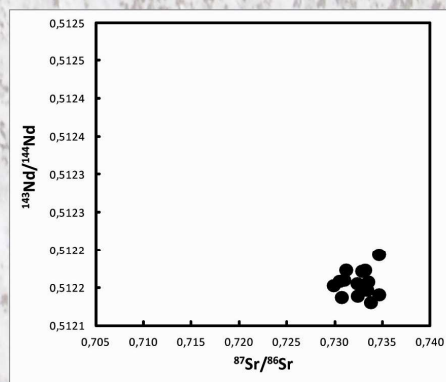
Signature géochimique en isotopes Sr/Rb et Sm/Nd:

$$^{87}\text{Rb}/^{86}\text{Sr} = 2,89511 - 4,33407$$

$$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr} = 0,72989 - 0,73464$$

$$^{147}\text{Sm}/^{144}\text{Nd} = 0,12167 - 0,12635$$

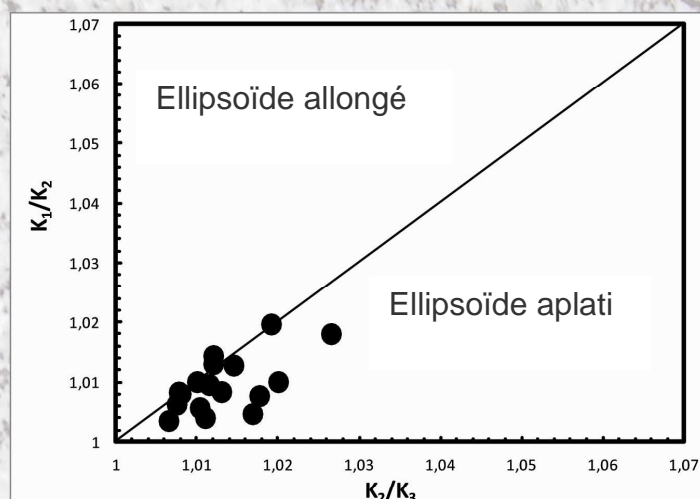
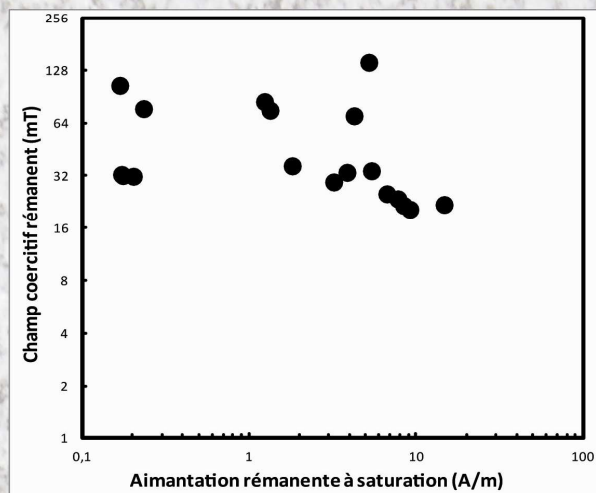
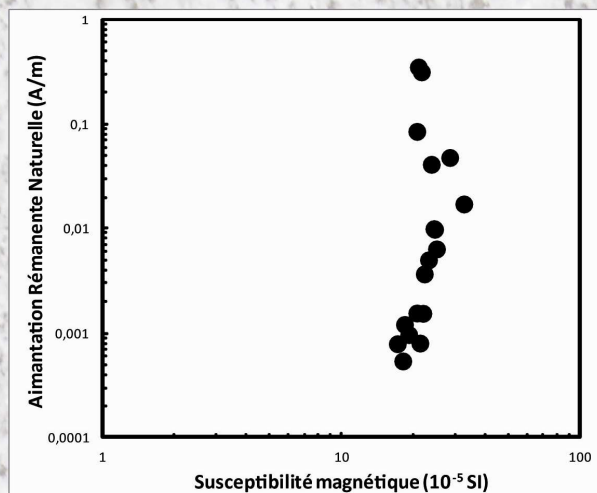
$$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0,51214 - 0,51219$$



DIAGRAMMES DES RAPPORTS ISOTOPIQUES EN Sr Et Nd

FICHE D'IDENTITE DU GRANIT GRIS BLEU DE LOUVIGNE

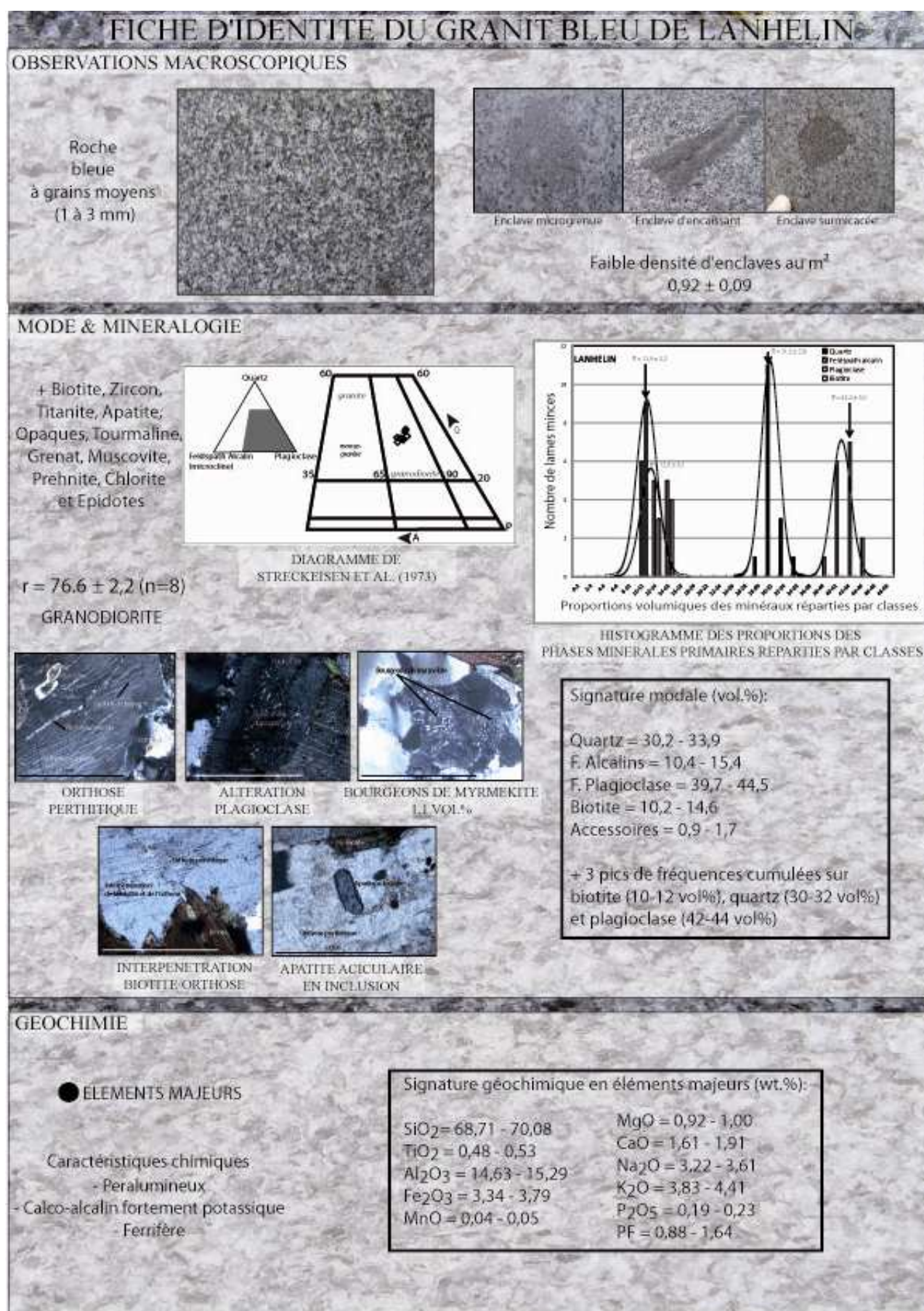
MAGNETISME

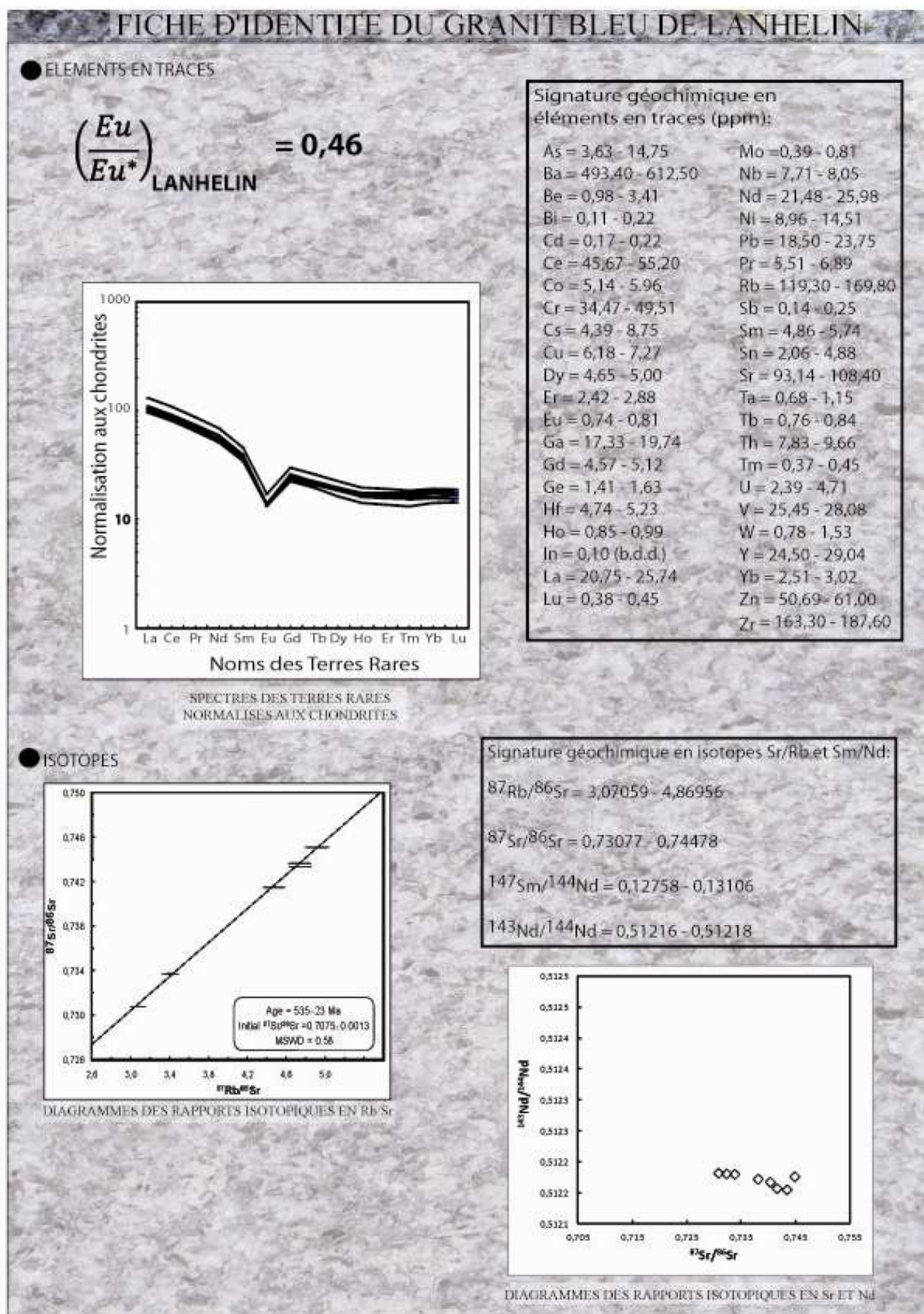


Signature magnétique :

$\chi = 17,1 - 32,5 \cdot 10^{-5}$ SI $K_1/K_2 = 1,00 - 1,02$
 ARN = 0,000977 - 0,352 A/m $K_2/K_3 = 1,01 - 1,03$

Jrs = 0,168 - 14,7 A/m + rémanence et paramagnétisme (Hys.)
 Hcr = 21,5 - 141,0 mT + Pyrrhotite et Magnétite









FICHE D'IDENTITE DU CALCAIRE DE COMBLANCHIEN

OBSERVATIONS MACROSCOPIQUES

Roche
beige
à grains fins



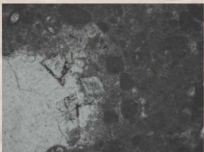

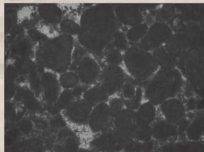

Terriers dolomitisés et oxydes de fer
Joint stylolitique
Bioclastes

ANALYSE MODALE


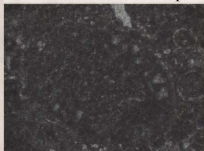
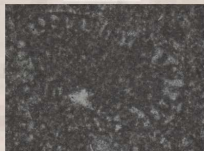

Phase de liaison:
Micrite et/ou Sparite

Clastes:
Pellets (20 - 50 µm)
Oncoides, Oolites, Oncolites, Coquilles,
Fossiles (Foraminifères, Ostracodes,
Gastéropdes, Characées, Coraux)
mesurant entre 50 - 150 µm

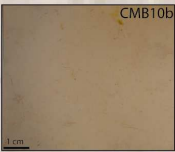
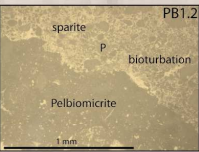
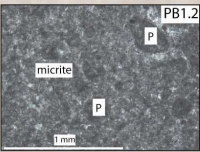
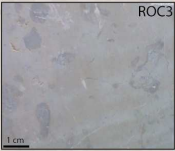
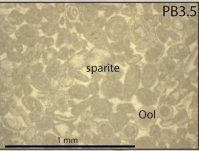
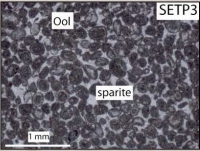

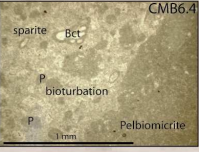
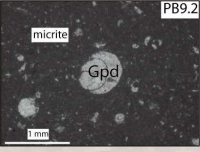
Bioturbations (terriers)

Cristaux de Dolomie
Perforation et remplissage de la surface micritique
Vraies Pellets
Bioclastes micritisés

Bioclastes micritisés
Bioclastes et oolites micritisés
Foraminifère micritisé et biocorrodé
Bioclastes micritisés

	Macroscopie	Loupe Binoculaire	Microscope		Signature modale (vol.%):
					Phase Pell. Oo. Fora. Chara. Ostra. Gast. Cor.
Sommet				Pelbiomicrite	53-87 7,5-38 0 2-7,8 0,2-1,3 0-1,5 0-2,2 0-1,6
Intermediaire				Pelbiosparite Pelbio/micrite, Oomicrite, Peloosparite	21-69 17-48 13-43 0,4-10 0,7-2,7 0,1-3,6 0-1,8 0-9,7
Base				Pelbiomicrite	59-83 9,1-33 0 4,1-5,6 0,3-1,7 0,1-1,2 0,1-0,6 0,3-1,2

GEOCHIMIE

● ELEMENTS MAJEURS

Caractéristiques chimiques

- absence totale de phases minérales terrigènes
- calcaires marins

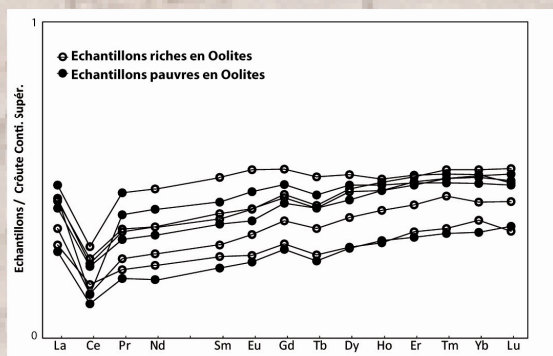
Signature géochimique en éléments majeurs (wt.%):

SiO ₂ = 0,50 - 0,51	MgO = 0,37 - 0,62
TiO ₂ = 0,02 - 0,03	CaO = 54,4 - 55,1
Al ₂ O ₃ = 0,16 - 0,31	Na ₂ O = 0,03 (b.d.d.)
Fe ₂ O ₃ = 0,1 - 0,2	K ₂ O = 0,05 - 0,08
MnO = 0,0005 (b.d.d.)	P ₂ O ₅ = 0,05 (b.d.d.)
	PF = 43,43 - 43,76

FICHE D'IDENTITE DU CALCAIRE DE COMBLANCHIEN

● ELEMENTS EN TRACES

$$\left(\frac{Ce}{Ce^*} \right)_{\text{COMBLANCHIEN}} = 0,49$$



Signature géochimique en éléments en traces (ppm):

As = 1,10 (b.d.d.)	Mo = 0,30 (b.d.d.)
Ba = 2,95 - 16,63	Nb = 0,19 - 0,37
Be = 0,40 (b.d.d.)	Nd = 0,80 - 2,39
Bi = 0,10 (b.d.d.)	Ni = 4,50 (b.d.d.)
Cd = 0,12 (b.d.d.)	Pb = 0,90 - 1,84
Ce = 1,07 - 2,44	Pr = 0,17 - 0,60
Co = 0,69 - 1,03	Rb = 1,38 - 2,84
Cr = 4,00 - 5,03	Sb = 0,10 (b.d.d.)
Cs = 0,16 - 0,35	Sm = 0,13 - 0,49
Cu = 4,50 (b.d.d.)	Sn = 0,40 (b.d.d.)
Dy = 0,15 - 0,43	Sr = 129,9 - 218,1
Er = 0,10 - 0,25	Ta = 0,015 - 0,03
Eu = 0,03 - 0,12	Tb = 0,004 - 0,1
Ga = 0,20 - 0,35	Th = 0,10 - 0,25
Gd = 0,15 - 0,47	Tm = 0,01 - 0,04
Ge = 0,11 (b.d.d.)	U = 0,75 - 1,26
Hf = 0,05 - 0,08	V = 2,65 - 3,81
Ho = 0,03 - 0,09	W = 0,20 (b.d.d.)
In = 0,10 (b.d.d.)	Y = 2,08 - 5,34
La = 1,1 - 2,9	Yb = 0,09 - 0,23
Lu = 0,02 - 0,03	Zn = 14,00 (b.d.d.)
	Zr = 1,78 - 3,43

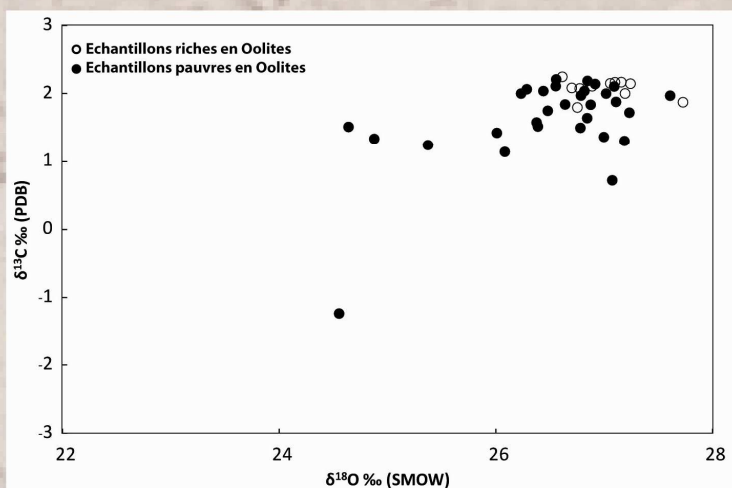
● ISOTOPES RADIOGENIQUES

Signature géochimique en isotopes Nd:

homogène avec

$$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd} = 0,51215 - 0,51221$$

● ISOTOPES STABLES



Signature géochimique en isotopes stables:

$$\delta^{18}\text{O} = 25,4 - 27,7 \text{ ‰}$$

$$\delta^{13}\text{C} = 1,24 - 2,25 \text{ ‰}$$

Chapitre 8.
Etablissement d'un
protocole analytique

Grâce aux quatre exemples de granits (Tarn, La Clarté, Louvigné et Lanhélin) et à l'exemple d'un calcaire (Comblanchien), nous pouvons commencer à entrevoir l'ébauche d'une méthodologie potentiellement généralisable concernant l'identification des pierres de construction.

Ce chapitre résume cette méthodologie et propose un protocole d'identification des pierres de construction.

1. Méthodologie proposée

A travers ces exemples de pierres de construction étudiées dans ce travail, une méthodologie générale se dégage. L'identification des pierres de construction s'effectue grâce à la combinaison de la caractérisation et la comparaison des pierres (Fig. 119). Deux cas d'hypothèses d'appartenance peuvent être définis (Fig. 119). Le premier cas d'hypothèse de comparaison est le cas de similarité entre deux pierres, illustré dans cette étude par la vérification des provenances d'échantillons erratiques (SAG4, P1, LOUV, LGOTBE, PLT, LALS, A, B et F). La question liée à ce cas est : est-ce que cette pierre appartient bien à une population de référence ? Pour répondre à cette question il faut rechercher d'un maximum de variables dont les gammes de variations de la pierre à tester et celles de la population sont en recouvrement. Le deuxième cas d'hypothèse de comparaison est le cas de dissimilarité entre deux pierres, illustré dans ce travail par la comparaison d'échantillons analogues commerciaux étrangers et des populations de références françaises (603, Porriño, QE, A, B, 654, SP1 et VATC). La question est : est-ce que cette pierre est différente d'une population de référence ? Pour y répondre, cela passe par la recherche d'un maximum de variables dont les gammes de variations de la pierre à tester et celles de la population sont totalement ou partiellement différentes. Deux cas de figures se présentent dans cette démarche (Fig. 119) :

- (1) cas de pierre non référencée dans la base de données. Il faut tout d'abord caractériser de manière précise et détaillée cette pierre (analyses modale, géochimique et/ou magnétique). Puis, cette caractérisation doit être complétée par une discrimination entre les pierres analogues commercialement. Ceci était le cas des pierres de construction étudiées.
- (2) cas de pierre référencée (question posée, par exemple : est-ce une pierre de construction de type Louvigné ?). Dans ce cas, nous pouvons directement comparer les caractéristiques de cette pierre dont la provenance n'est pas certaine avec celles de la population de référence supposée Louvigné.

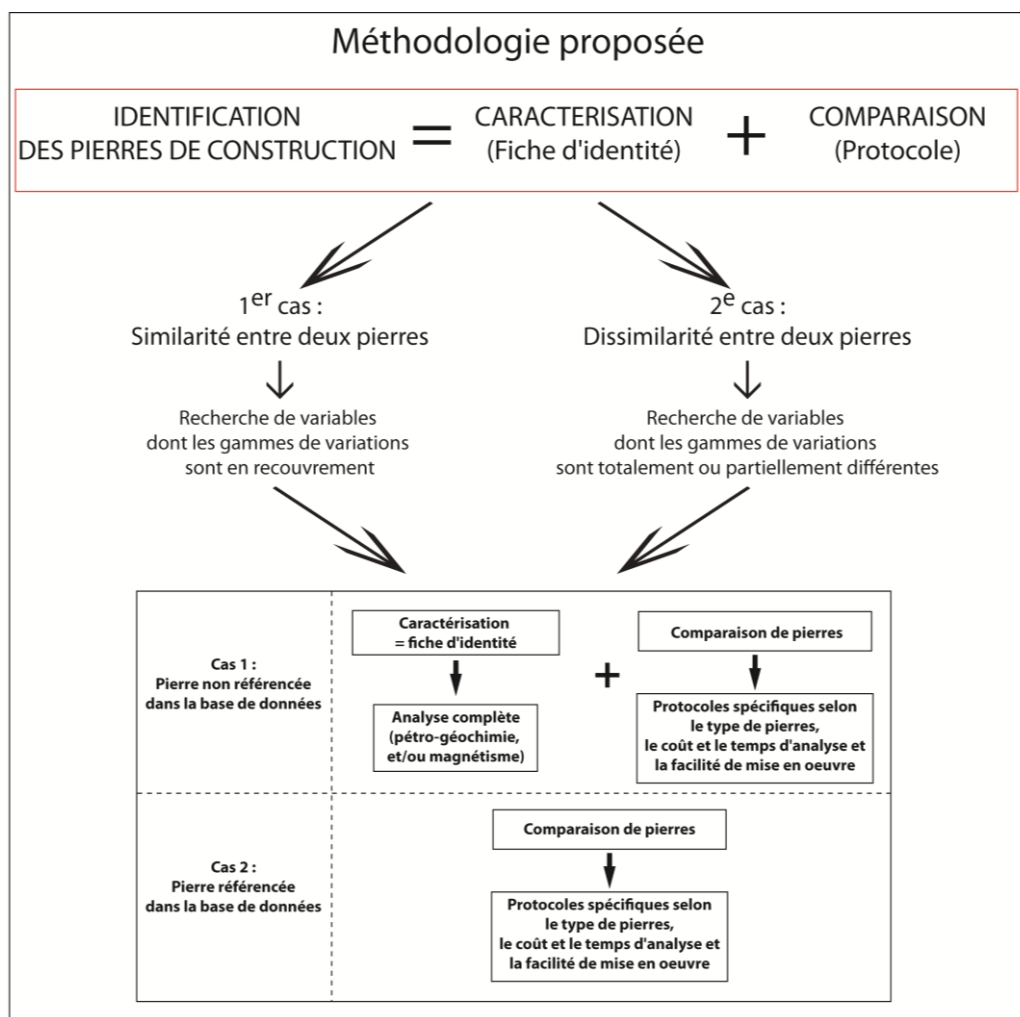


Figure 119: Schéma synthétique de la méthodologie proposée d'identification des pierres de construction.

Les chapitres précédents ont démontré qu'un protocole universel de discrimination de pierres utilisant les mêmes variables discriminantes n'existe pas. Pour chaque type de pierre et pour chaque question posée, un protocole spécifique est défini.

2. Etablissement des protocoles spécifiques selon les types commerciaux de pierres

Dans les chapitres antérieurs, nous avons pu identifier des traceurs discriminants spécifiques à chaque comparaison d'hypothèses de dissimilarité de pierres de construction. Nous pouvons donc établir des arbres hiérarchiques d'identification des pierres de construction. Ces arbres correspondent aux protocoles spécifiques à chaque type de pierre de construction étudiée et sont établis grâce aux comparaisons effectuées sur certains analogues commerciaux (Fig. 120-124). Bien évidemment, ces protocoles devront être améliorés en fonction de potentielles études d'autres analogues commerciaux. Notre approche requiert donc d'utiliser de manière successive des méthodes quantitatives de coûts de plus en plus chers et de facilités

d'exécution de plus en plus difficiles et de disposer d'une quantité suffisante de pierre afin de la caractériser dans le cas d'applications industrielles. Dans le cas d'applications archéologiques et historiques, la quantité de pierre n'est pas forcément disponible.

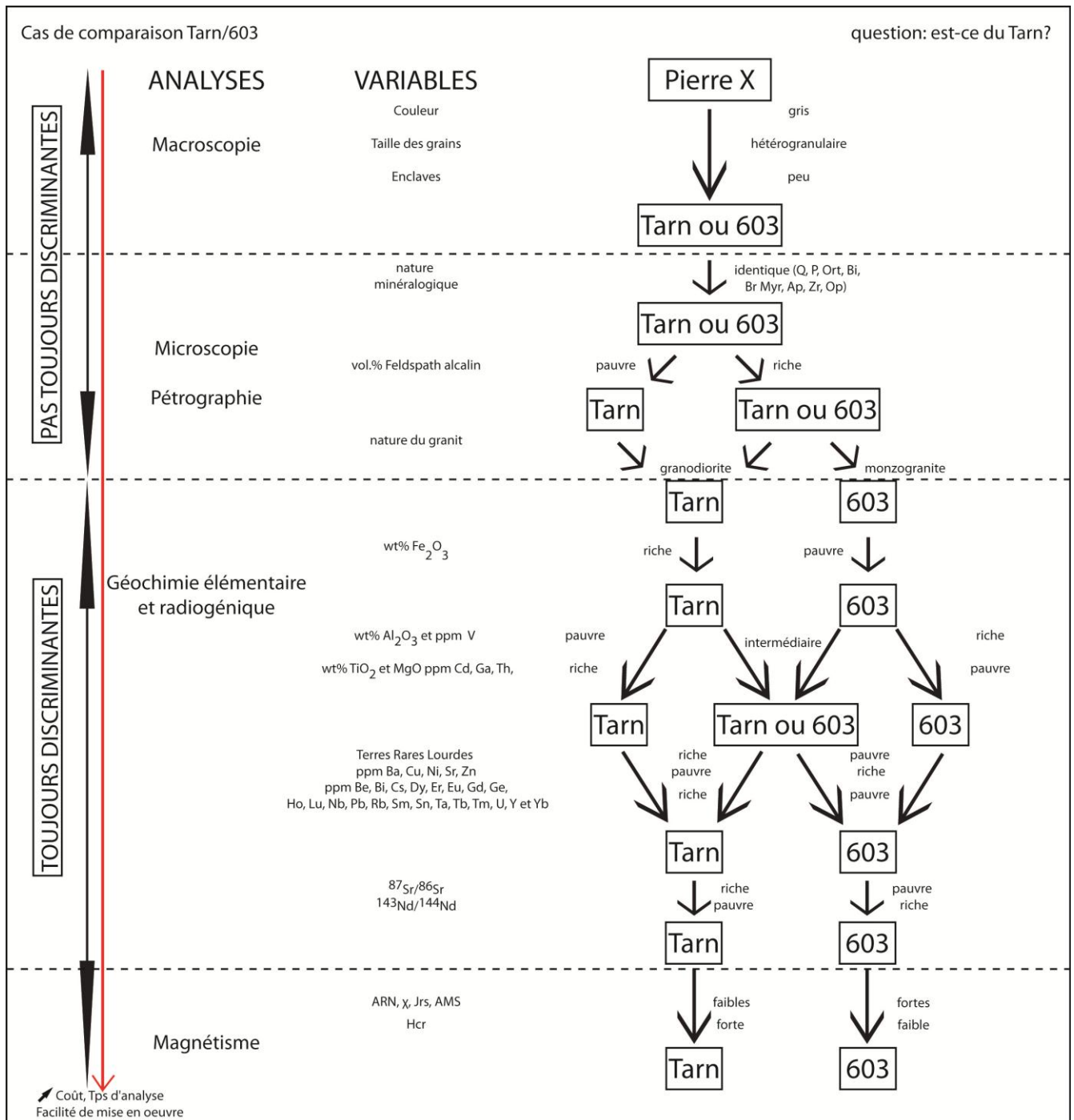


Fig. 120 : Protocole d'identification d'un granit type Silverstar du Tarn

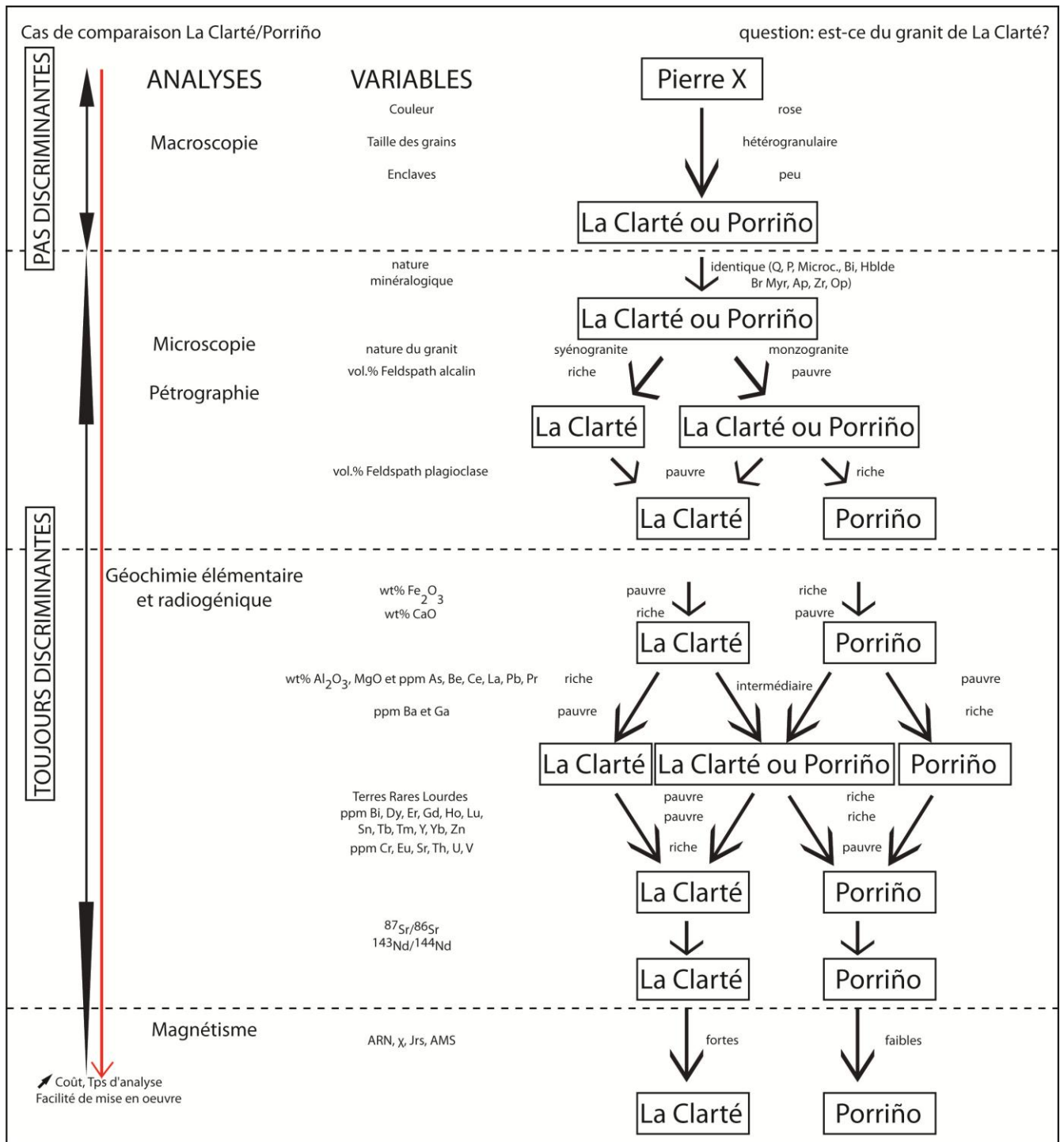
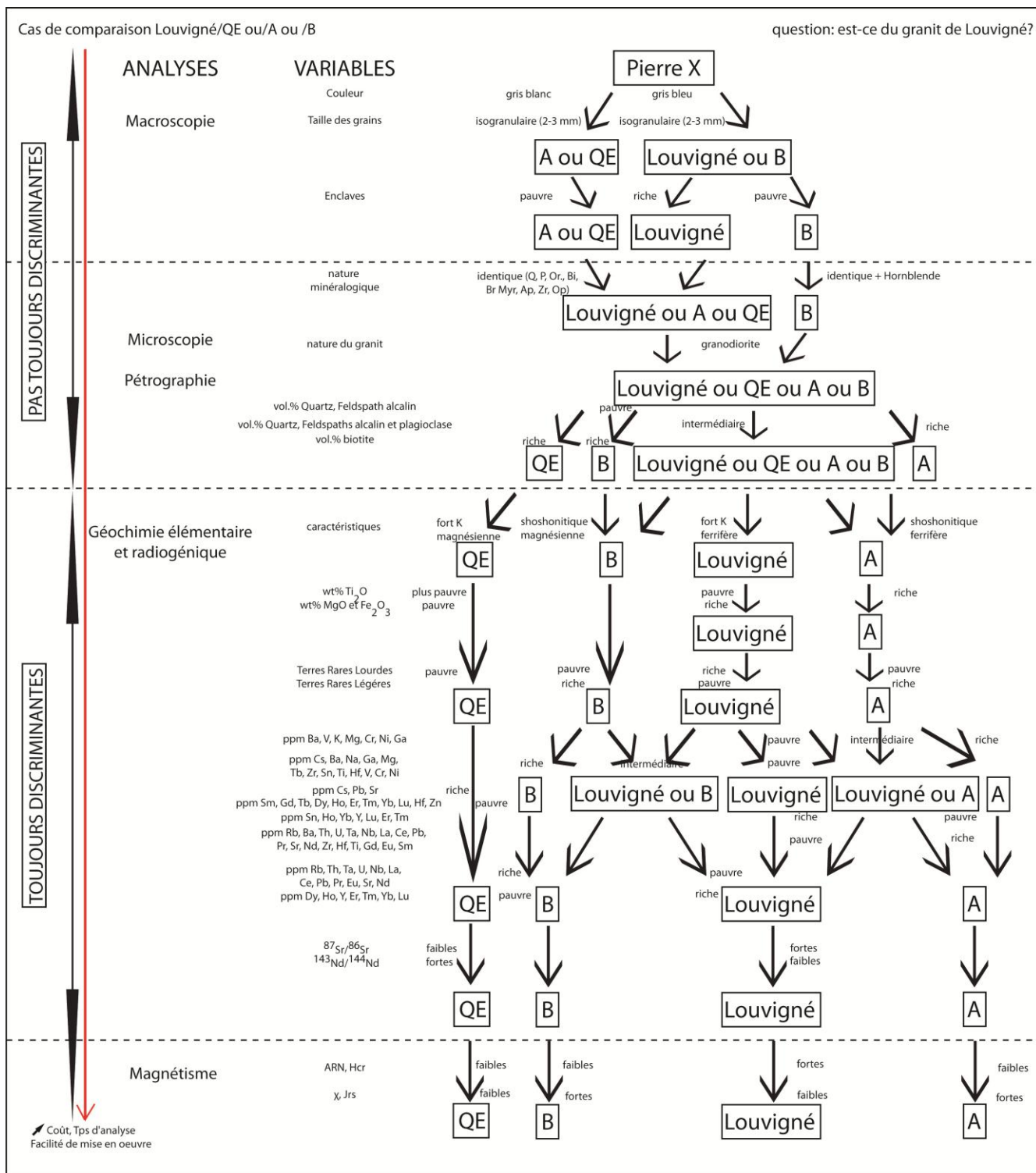


Fig. 121 : Protocole d'identification d'un granit type rose de La Clarté.



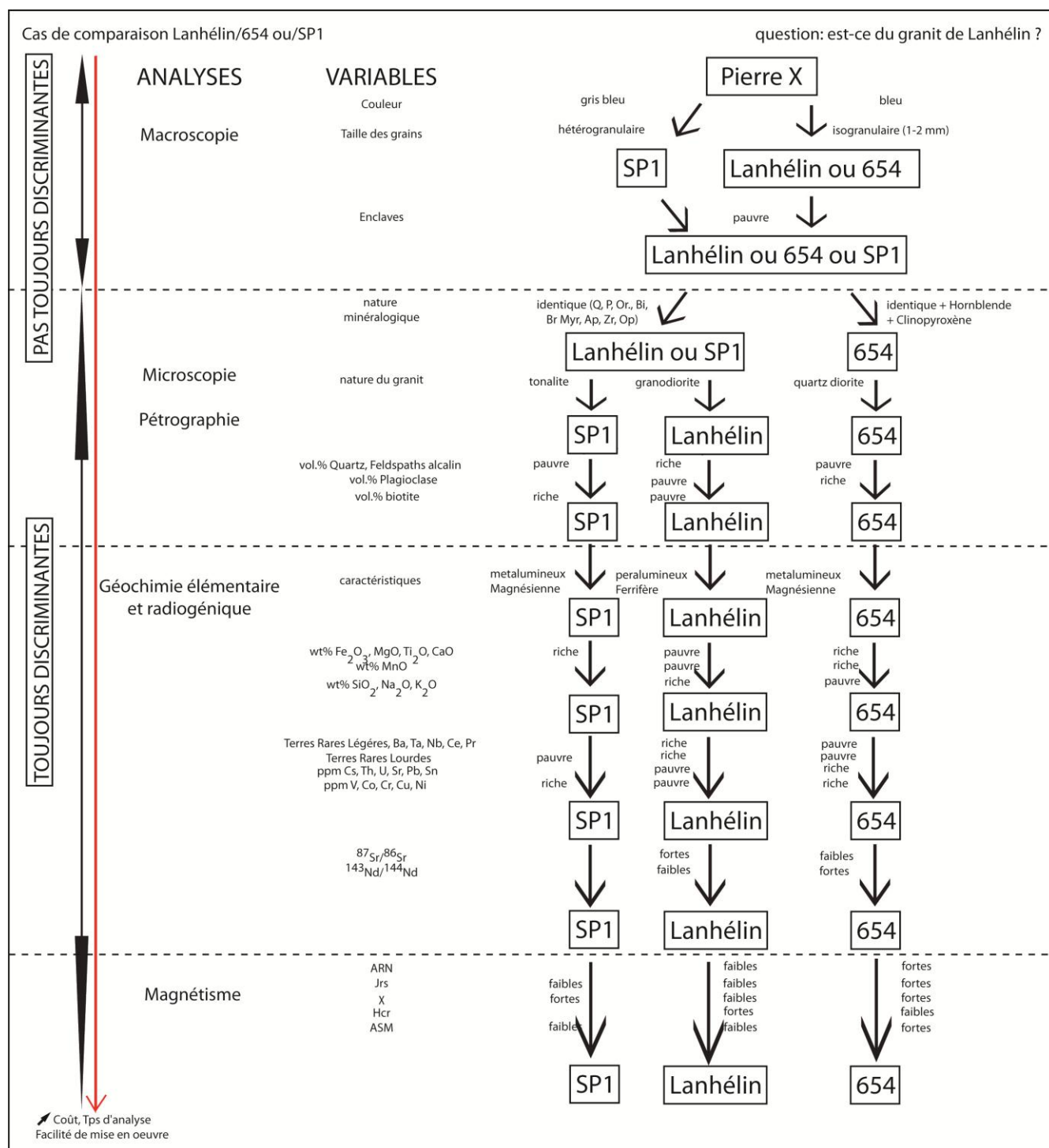


Fig. 123 : Protocole d'identification d'un granit type bleu de Lanhélin.

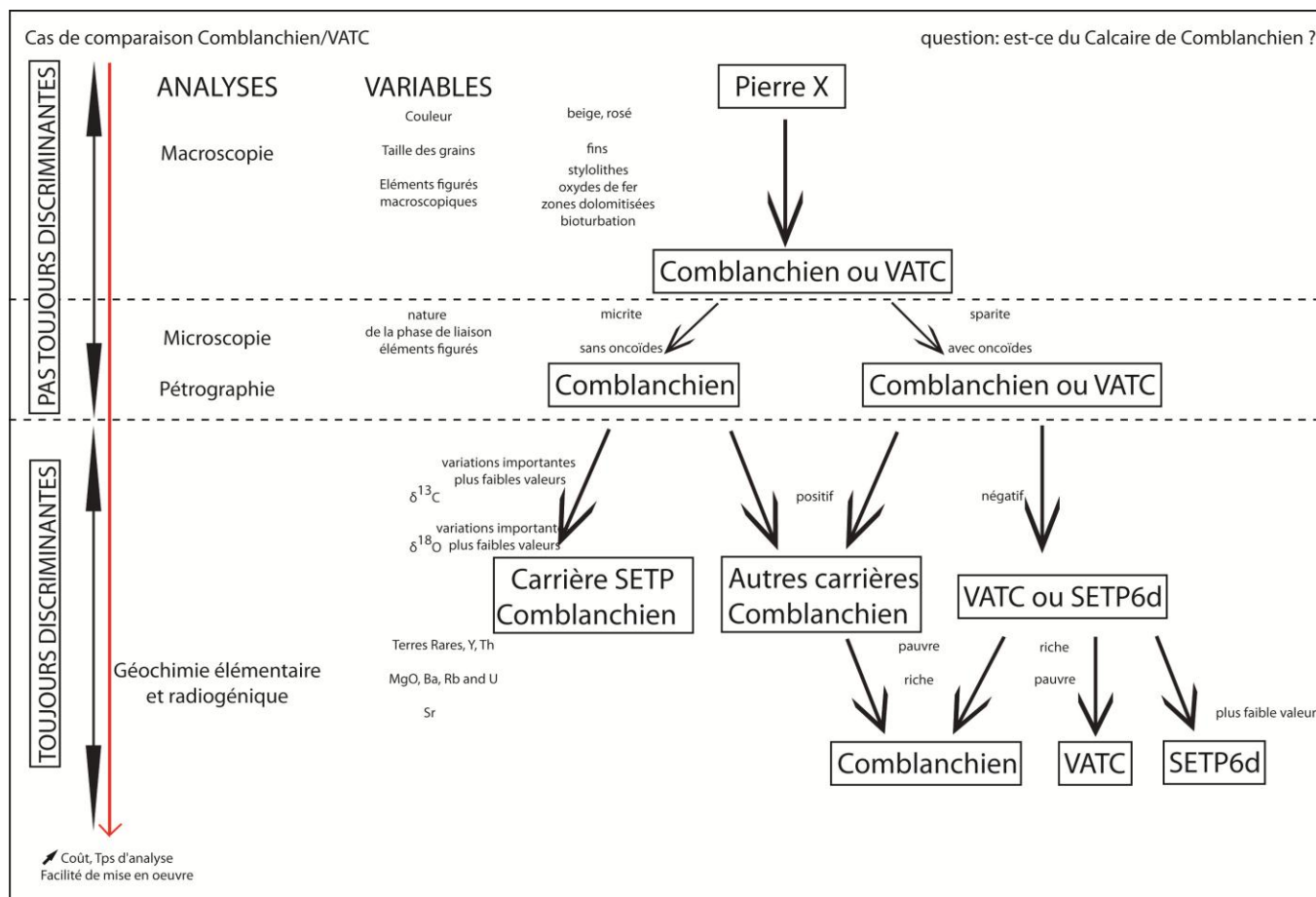


Fig. 124 : Protocole d'identification d'un calcaire type Comblanchien.

3. Etablissement d'un protocole analytique d'identification des pierres de construction

Afin d'identifier une pierre de construction de n'importe quelle nature géologique (métamorphique, sédimentaire ou granitique), nous proposons un protocole généralisé combinant tous les protocoles spécifiques établis dans cette étude (Tarn, La Clarté, Louvigné, Lanhélin et Comblanchien) ainsi qu'une étude sur les grès (Götze et Siedel, 2004 et 2007) et enfin des exemples de pierres de construction métamorphiques (Fig. 125).

Ce protocole permettrait de répondre à une question et une comparaison générale telle que :
Quelle pierre de construction est-ce ?

Ce protocole met en évidence les différentes méthodes analytiques utilisées dans cette étude en fonction de leurs coûts et leurs temps d'analyse et de la difficulté de mise en œuvre. L'analyse statistique peut être mise en application à n'importe quel stade de comparaison afin de quantifier le pourcentage d'écart entre 2 pierres analogues (cas de dissimilarité) et de vérifier l'appartenance de 2 pierres (cas de similarité).

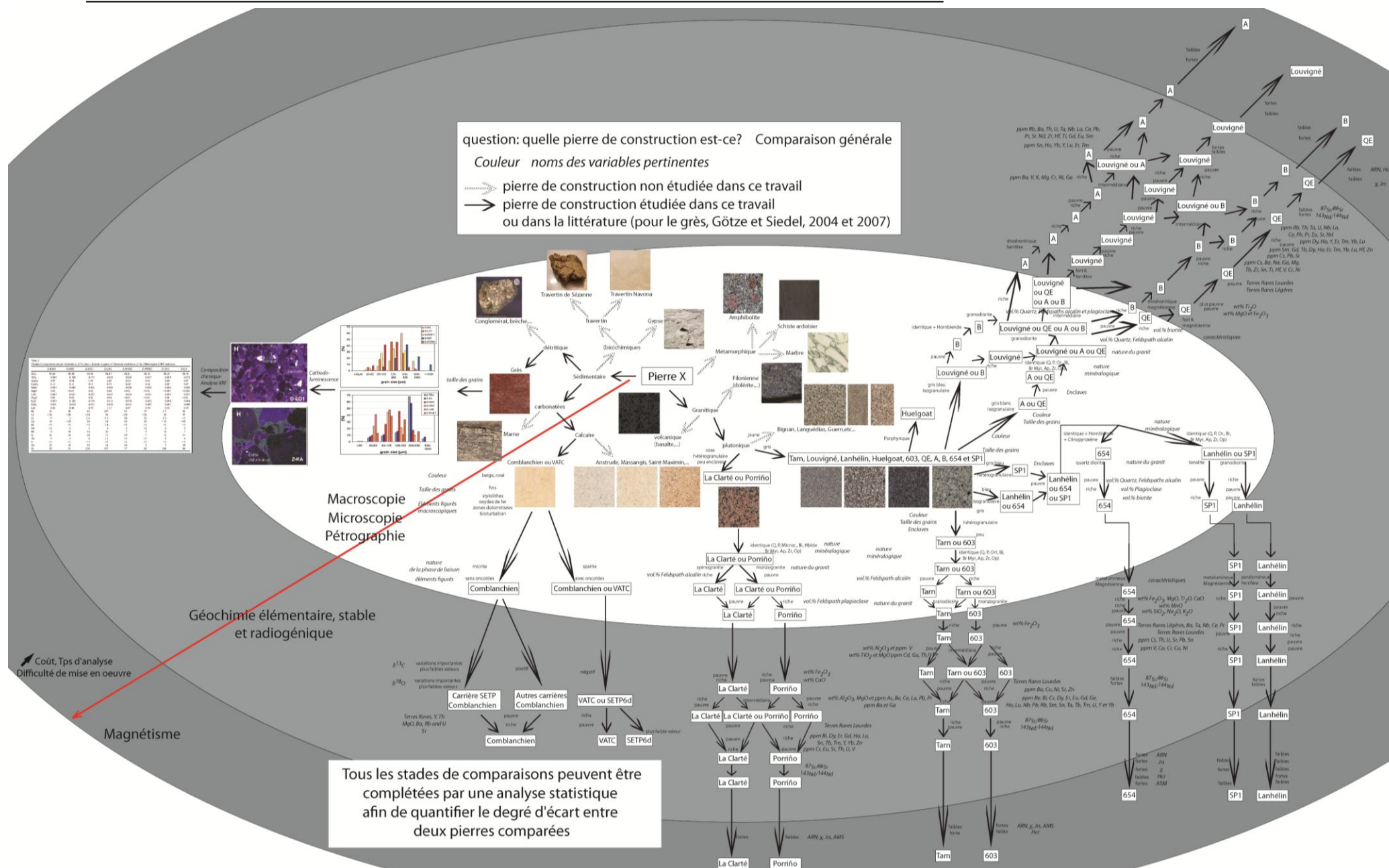


Fig. 125 : Protocole généralisé combinant tous les protocoles spécifiques établis dans cette étude

Chapitre 9.

Discussion

Ce chapitre a pour but de discuter l'apport de ce travail par rapport à ce que différents auteurs ont proposé comme méthodologie pour la caractérisation des pierres de construction. Il veille à généraliser autant que possible les conclusions issues des 5 exemples de pierres de construction étudiées.

D'après les trois chapitres concernant les pierres de construction de type granitique, une pierre de construction peut être considérée comme homogène à l'échelle d'une carrière. Les *Chapitres 2 et 3* montrent également que l'homogénéité d'une pierre de construction peut s'étendre à l'échelle de plusieurs carrières. Certaines carrières peuvent même présenter une variabilité qui recouvre celle de l'ensemble des carrières d'où on a extrait la population d'échantillons de référence (*Chapitre 3*). Par ailleurs, nous avons montré que les granits peuvent posséder des caractéristiques dont les gammes de variations sont plus petites que, ou différentes de celles de l'unité ou du faciès géologique dans lequel se localisent les carrières (*Chapitre 2*). Le *Chapitre 3* montre aussi que deux pierres de construction issues de deux intrusions d'un même batholithe sont distinguables. On peut en déduire que la distinction de pierres de construction de type granitique sera d'autant plus facile qu'elles proviennent de différents batholithes. Indirectement, tout ceci est confirmé par les différentes comparaisons faites dans ce travail, y compris dans la comparaison de l'ensemble des échantillons traités par les méthodes statistiques (*Chapitre 4*).

D'après les *Chapitres 5 et 6*, le calcaire de Comblanchien apparaît relativement homogène au sein des carrières en cours d'exploitation. Cependant, la distinction de bancs dans une même carrière est possible. De plus, une carrière possède une signature spécifique.

Ces différents résultats permettent d'établir des fiches d'identité des pierres de construction (*Chapitre 7*). Le *Chapitre 8* présente les protocoles proposés pour établir des différences ou des similitudes avec les populations d'échantillons de référence.

Il s'agit maintenant de discuter de la généralisation potentielle des caractérisations et de ces protocoles, tels qu'ils sont proposés à travers les cas d'étude. Les potentielles implications de ce travail pour l'établissement d'une base de données et la mise en place d'une labellisation d'une pierre de construction sont aussi brièvement discutées.

1. Validation de la caractérisation et des fiches d'identité

Avec l'exemple des roches carbonatées, notre étude se limite aux quatre carrières en exploitation situées près du village de Comblanchien. Il n'a donc pas été possible de vérifier

qu'aucun autre gisement, par exemple dans le Bassin de Paris ou dans le Jura, susceptible d'exploiter la Formation de Comblanchien, pourrait ou non fournir sur le marché des calcaires avec les mêmes caractéristiques pétrographiques, géochimiques et paléontologiques que le calcaire de Comblanchien caractérisé dans cette étude. L'étude fait, non pas la caractérisation des différents calcaires issus de la formation stratigraphique dite des calcaires de Comblanchien, mais se limite aux carrières qui bénéficient aujourd'hui de l'appellation commerciale « Comblanchien ». De plus, à l'échelle d'une carrière, son évolution dans le temps au cours de l'exploitation est susceptible d'induire des variations de propriétés par rapport à notre actuel échantillonnage de référence.

Il en est de même avec les roches granitiques. En effet, nous avons vu que les carrières peuvent posséder des caractéristiques dont les gammes de variations sont plus petites par rapport à celles des caractéristiques du faciès géologique d'où les pierres sont extraites (*Chapitre 2*). Ouvrir une nouvelle carrière est donc susceptible d'augmenter la variabilité de la pierre de construction. De plus, comme l'échantillonnage en carrières reflète la diversité des roches disponibles à un moment donné et que l'extraction en carrière progresse latéralement et en profondeur, certains échantillons peuvent présenter des différences dans leurs caractéristiques par rapport à celles de leurs populations de référence. Par exemple, les premières phases d'exploitation des carrières extraient les roches les plus superficielles, portant souvent des marqueurs d'altération (débits en boules, présence d'arène granitique), parfois sur des épaisseurs conséquentes (10 m), qui disparaissent au fur et à mesure de l'extraction en profondeur.

En conséquence, notre caractérisation des pierres de construction est strictement valide à un instant donné et pour l'ensemble des endroits où une pierre extraite bénéficie d'une unique appellation faisant référence à sa provenance. Ceci souligne l'importance d'une perspective allant vers la construction d'une base de données devant évoluer dans le temps.

La potentielle validité spatiale (et donc temporaire) des fiches d'identité pose en outre un souci concernant des applications historiques et/ou archéologiques (Dreesen et Duser, 2004 ; Rozenbaum et al., 2008 ; Devos et al., 2010 ; Fort et al., 2010 ; Török et Prikryl, 2010) où les pierres de constructions ont été extraites il y a plusieurs années, voire des siècles. En effet, dans les constructions archéologiques ou historiques, les pierres utilisées ont souvent été extraites de carrières qui ne sont plus exploitées. Une fiche d'identité des pierres de construction actuelles n'aidera donc pas nécessairement à retrouver exactement la provenance initiale des pierres utilisées sur les monuments. Néanmoins, elle pourra certainement conduire

à l'utilisation de matériaux similaires et compatibles, dans le cas où les pierres originelles ne sont plus exploitées.

Tout ceci implique que la caractérisation d'une pierre de construction telle qu'elle est proposée ici n'est, a priori, pas pérenne et qu'elle est susceptible d'évoluer en fonction de la progression de l'extraction en carrière et suite à l'ouverture de nouvelles carrières. Il faudra donc assurer une veille pour pouvoir actualiser et mettre à jour les fiches d'identité correspondantes au fur et à mesure des changements majeurs dans les zones d'exploitation et d'extraction, pour au final toujours contraindre au mieux la variabilité intrinsèque d'une pierre de construction donnée.

Par ailleurs, les méthodes permettant de caractériser les pierres de construction sont variées. Les méthodes utilisées ici ne sont pas exhaustives, mais permettent une caractérisation plus complète que dans beaucoup d'autres approches. Certaines études n'utilisent en outre qu'un seul type d'analyse pour caractériser des pierres de construction et discuter de leur provenance (e.g. Gratuze, 1999 ; Karner, 2001 ; Degryse et al., 2003 ; Fronteau et al., 2010 ; Prieto et al., 2010). Le plus souvent les études combinent les données pétrographiques et/ou géochimiques (Tableau 1). Très peu d'études couplent ces données avec une étude des propriétés magnétiques (e.g. Capedri et Venturelli, 2005 et Stastna et al., 2009 et 2011). Beaucoup d'études ont également montré que les analyses des propriétés pétro-physiques et mécaniques sur les pierres de construction permettent d'identifier les pierres et d'en retrouver la provenance (e.g. Galan et al., 1999 ; Fort et al., 2010 ; Siegesmund et al., 2010). Il est toujours possible d'ajouter de telles méthodes (ou variables analytiques) comme compléments (ou comme alternatives) à nos fiches d'identité. De même, d'autres variables pétrographiques (distribution de la taille des cristaux), géochimiques (compositions des phases minérales), ou magnétiques (courbes magnétothermiques) auraient pu compléter nos caractérisations. Selon les cas, la géochronologie (U-Pb sur zircons ou $^{39}\text{Ar}/^{40}\text{Ar}$ sur les phases potassiques) ou les méthodes de datation basées sur les biozones pourraient compléter l'identification. En ce sens, nos fiches d'identité sont potentiellement évolutives. Un travail d'ajout de données de propriétés pétrophysiques, thermiques, électriques, mécaniques pourrait être effectué ultérieurement.

2. Protocoles d'identification proposés

Notre approche propose d'utiliser de manière successive des méthodes quantitatives de coûts et de facilités de mise en œuvre croissants jusqu'à savoir si une pierre donnée est différente ou similaire à une population de référence (*Chapitre 8*). Les méthodes utilisées dans ce travail se pratiquent en routine. Certaines études utilisent des méthodes ou des équipements relativement difficiles d'accès, parfois de haute technicité, de coûts non négligeables et demandant un temps long d'analyse ou de préparation (e.g. les techniques PIXE, LIBS, Ar/Ar ; Atzori et al., 1996 ; Colao et al., 2010 ; Karner, 2001 ; Tableau 1). Pour les applications industrielles, disposer d'une quantité suffisante d'échantillon pour en retrouver la provenance n'est pas un souci, contrairement au cas des applications archéologiques/historiques (voir ci-après). Nous proposons que tout protocole doive commencer par une simple analyse pétrographique. Les analyses géochimiques plus chères et les mesures des propriétés magnétiques nécessitant une quantité d'échantillons plus grande peuvent être effectuées dans un second temps. Nous avons vu (*Chapitre 3*) que la géochimie n'est pas toujours nécessaire pour établir que deux pierres de constructions sont différentes (elles ne proviennent pas du même endroit), mais qu'elle est essentielle pour établir que deux pierres de constructions sont identiques (elles proviennent du même endroit). Nous avons aussi observé que, dans des cas de dissimilarité entre des pierres de provenances différentes, certaines de leurs caractéristiques pouvaient être communes. De plus, dans des cas de similarité, quelques caractéristiques peuvent être significativement différentes, sans pour autant conclure que les pierres concernées étaient différentes, comme le confirment aussi les analyses statistiques (*Chapitres 4 et 6*). Si une seule méthode peut être suffisante pour distinguer deux pierres de construction, seule une combinaison de méthodes, telle que celle que nous avons déployée dans cette étude, réussira à démontrer une similarité avec précision. On peut penser qu'il en sera de même pour démontrer une dissimilarité entre deux pierres de constructions quasi-similaires mais de différentes provenances.

Par conséquent, dans une approche générale visant à retrouver la provenance des pierres de construction, cette étude démontre que l'on ne peut pas définir un protocole unique de discrimination de pierres comparables utilisant les mêmes variables discriminantes (*Chapitres 4, 5 et 8*). Pour chaque type de pierre, pour chaque question posée, et pour chaque comparaison, un protocole spécifique doit être proposé.

Un tel protocole spécifique permettrait d'effectuer uniquement les analyses les plus pertinentes vis-à-vis du cas d'expertise demandé (expertise industrielle ou

archéologique/historique). Cela aboutirait à proposer une expertise relativement peu coûteuse et rapide surtout si la pierre de référence à laquelle la pierre à expertiser est comparée a été préalablement caractérisée. Les ajouts éventuels de nouvelles populations de référence, de nouvelles comparaisons entre des pierres aux faciès similaires, et d'autres méthodes analytiques permettraient d'actualiser les protocoles proposés (*Chapitre 8*).

A travers les exemples de pierres de construction étudiées dans ce travail, une méthodologie a été proposée (*Chapitre 8*). Dans le but de retrouver la provenance de pierres de construction de type granitique et sédimentaire de nature carbonatée, la méthodologie proposée requiert de caractériser préliminairement une population de référence et de systématiquement comparer les caractéristiques de la pierre « X » à celles de la population de référence pour constater une similarité ou une dissimilarité. Comme nous l'avons vu, la caractérisation pourra s'effectuer étape par étape. Si le but de l'étude de cette pierre « X » est d'actualiser la base de données, l'idéal serait que la caractérisation soit la plus complète possible à l'aide de multiples méthodes. Par contre, si le but de l'étude de cette pierre « X » est de retrouver sa provenance, alors la caractérisation pourrait être partielle et s'effectuer au fur et à mesure de l'avancée dans le protocole jusqu'à pouvoir montrer que la pierre « X » est similaire (ou non) avec la population de référence à laquelle elle est comparée. Dans les deux cas, le nombre de variables mesurables dépend du volume disponible d'échantillons.

3. Quantité de matériel nécessaire et choix des méthodes analytiques

La quantité de matériel à prélever dépend du cas d'applications dans lequel nous nous plaçons. En effet, dans les applications archéologiques et historiques, le prélèvement d'échantillons de pierres de constructions peut s'avérer difficile, voire même impossible (Chauris, 1993). La détermination de la provenance des pierres de construction sur ce type d'édifice doit parfois impliquer des techniques non ou peu destructives. Dans ce cas, ces dernières doivent être appliquées directement sur des pierres en place ou dans des parties de pierres prélevées sur des zones en ruines d'édifices. Les pierres pourront ensuite être remises en place après analyse. Au contraire, pour les applications industrielles, le prélèvement d'échantillons n'est pas restreint car le matériel est généralement disponible en grande quantité. Ceci est toujours vrai pour les caractérisations à partir de prélèvements dans les carrières en exploitation. Dans le cas le plus général d'une expertise sur un chantier de constructions, ceci est aussi vrai.

Dans les applications industrielles, la quantité à prélever peut dépendre de la comparaison à effectuer et de la nécessité de combiner ou non les méthodes. En effet, à l'issue des traitements « manuels » (*Chapitres 1, 2, 3, 5*), nous avons vu que, dans certains cas, une seule analyse pouvait être suffisante pour distinguer des pierres de construction analogues commercialement. Dans d'autres cas, nous avons montré que les compositions modales n'étaient pas suffisantes et que les informations fournies par la géochimie ou par le magnétisme permettaient clairement la distinction. Similairement, la combinaison de l'analyse modale et de l'analyse en isotopes stables a permis la distinction d'analogues commerciaux de type sédimentaire carbonaté.

La quantité de matériel disponible conditionne le choix des méthodes à mettre en œuvre pour la caractérisation des pierres de construction. (1) Le peu ou l'absence de matériel disponible (applications archéologiques/historiques) implique d'utiliser des méthodes non ou peu destructives, telles que la Microscopie Electronique à Balayage, la susceptibilité magnétique, certaines mesures de propriétés physiques et mécaniques, la mesure directe de la radioactivité (Chauris, 1993 ; Williams Thorpe et Thorpe, 1993 ; Acquafredda et al., 1999 ; Galan et al., 1999 ; Gratuze, 1999 ; Capedri et Venturelli, 2005 ; Carta et al., 2005 ; Siegesmund et al., 2010). (2) La disponibilité des pierres de constructions en carrières ou sur un chantier (applications industrielles) permet la caractérisation des pierres de constructions par des méthodes impliquant un prélèvement substantiel d'échantillon(s). Dans ce cas, les méthodes à mettre en œuvre peuvent être destructives. Comme dans cette étude, elles peuvent regrouper par exemple une analyse pétrographique en lame mince, une analyse géochimique (éléments majeurs et/ou en traces, isotopes radiogéniques, isotopes stables), et une analyse magnétique (Long et Agrell, 1965 ; Fronteau et al., 1999 ; Galan et al., 1999 ; Garcia-Talegon et al., 1999 ; Capedri et al. 2003 ; Degryse et al., 2003 ; Capedri et al., 2004 ; Götze et Siedel, 2007 ; Szczepaniak et al., 2008 ; Draganits, 2009 ; Fort et al., 2010 ; Török and Prikryl, 2010 ; Stastna et al., 2009 ; Stastna et al., 2011).

4. Nécessité d'une base de données

A travers la caractérisation pétrographique, géochimique et magnétique de cinq exemples, ce travail constitue les premiers éléments d'une base de données de pierres de construction françaises, pouvant servir de référence pour toutes comparaisons. Plusieurs auteurs ont déjà émis l'idée de créer des bases de données en compilant toutes les informations existantes sur

des matériaux et pierres de constructions (e.g. Lamotte, 2004 ; Kampfova et Prikryl, 2006 ; Cooper, 2010 ; Hyslop et al., 2010). Dans les applications archéologiques/historiques, les bases de données peuvent permettre de rendre accessible la disponibilité des pierres de construction actuelles afin de rechercher des pierres équivalentes servant de pierres de remplacement aux pierres originelles si elles ne sont plus exploitées (Dreesen et Duser, 2004 ; Rozenbaum et al., 2008 ; Devos et al., 2010 ; Fort et al., 2010 ; Török et Prikryl, 2010). Dans les applications industrielles, une base de données (et donc des fiches d'identité) pourrait être utilisée par les industriels afin de s'assurer de la provenance du matériel qu'ils utilisent.

La majorité des bases de données est rattachée à un pays (Tchéquie, Angleterre, France...). De plus, plusieurs instituts proposent différentes bases de données de pierres de construction, par exemple : l'Institut Supérieur de Recherche et de Formation aux métiers de la pierre, le Bureau de Recherches Géologiques et Minières et le CTMNC. Cooper (2010) propose le « Global Heritage Stone Ressource » visant à créer une catégorie reconnue internationalement des ressources naturelles en pierre, des chefs d'œuvre artistiques et architecturaux, et du patrimoine historique. Il n'existe donc pas encore de réelle base de données internationale regroupant un maximum de caractéristiques des pierres de construction actuellement exploitées (voire même anciennement exploitées).

Il semble donc nécessaire de créer une base de données des pierres de construction françaises, voire internationales, permettant de répondre aux questions concernant la disponibilité des pierres de construction. Elle pourrait contenir des informations sur les usages de la pierre, sur la composition minéralogique et géochimique, sur les paramètres physiques, sur la localisation des carrières, sur les données d'exploitation et sur les utilisations historiques. Grâce à l'établissement d'une base de données, l'identité d'une pierre de construction peut être accessible aux constructeurs, architectes, et tout autre professionnel de la pierre dans un format facilement compréhensible, afin de fournir des informations aidant les processus de choix des pierres de construction, d'entretien, de remplacement et d'expertise. Il est envisageable qu'une telle base de données puisse servir de support à l'établissement de labels commerciaux pour les pierres de construction.

5. En route vers une labellisation....

Notre étude montre qu'une caractérisation approfondie des pierres de construction peut en permettre la distinction en termes de provenance, et en conséquence la possibilité de leur

attribuer une carte d'identité, et si nécessaire un label commercial. La réglementation actuelle (par exemple, ECS, 2000, 2002) est souvent basée sur l'étude d'un échantillon unique et de peu de variables. Par conséquent, la réglementation doit, elle aussi, évoluer afin d'intégrer la variabilité d'une population de référence d'échantillons à partir d'un grand nombre de variables afin d'établir des labels de provenance. Ces derniers permettraient de mettre en place une législation protégeant une appellation commerciale d'une pierre de construction. Pour rendre cette protection efficace, il faudrait s'assurer les moyens d'appliquer des contrôles de provenance basés sur des protocoles robustes, qui doivent encore être affinés. A long terme, nous pouvons espérer que ce travail pourrait s'inscrire dans de tels projets de labellisation (comme celui d'une « Indication Géographique Protégée »), destinés à apporter aux pierres de construction françaises une protection contre les pierres d'importation, comme une Appellation d'Origine Contrôlée, bien connue pour les produits alimentaires.

Conclusions

Dans le contexte économique actuel, où le marché de la pierre de construction représente une activité mondiale économique importante et où de grands échanges internationaux se produisent avec de potentielles substitutions frauduleuses entre des pierres aux faciès comparables mais de provenances diverses, il devient important pour les professionnels français de pouvoir s'armer d'un outil de certification de provenance et de qualité des pierres de construction naturelles françaises qu'ils exploitent et commercialisent.

Cette étude proposait de développer des méthodes quantitatives de caractérisation et de discrimination des pierres de construction de types granitique et sédimentaire de nature carbonatée afin de pouvoir vérifier et certifier leur origine géographique et donc la garantie de leurs qualités et de leurs propriétés.

Une question préalable était de définir l'échelle spatiale à laquelle une pierre de construction peut être considérée comme homogène :

- (1) Pour un faciès granitique, une pierre de construction est homogène entre les différents niveaux d'une même carrière. Il n'est donc pas possible d'assigner une provenance géographique précise, à une pierre de construction donnée, à l'intérieur d'une carrière. En revanche, une pierre de construction de type sédimentaire est bien sûr hétérogène entre les différents niveaux d'une même carrière, en fonction des bancs concernés. Donc, il semblerait possible d'assigner à une pierre de construction sédimentaire donnée une provenance géographique précise à l'intérieur d'une carrière d'exploitation.
- (2) Pour un faciès granitique, considérant la variabilité à l'intérieur d'une carrière et à l'échelle de plusieurs carrières, il apparaît qu'aucune carrière ne possède une signature spécifique et donc qu'aucune n'est distinguable d'une autre. Pour les exemples étudiés, une pierre de construction est homogène à l'échelle d'une « intrusion commercialisée » et la distinction entre différents sites d'exploitation n'est pas possible. Par contre, pour un faciès sédimentaire, il apparaît qu'une carrière peut posséder une signature spécifique et peut être distinguable des autres. Il semblerait donc possible d'assigner, à une pierre de construction sédimentaire donnée, une provenance géographique précise d'une carrière d'exploitation.
- (3) Pour un faciès granitique, une distinction entre deux populations d'échantillons appartenant à deux intrusions différentes dans le même batholithe peut être faite. Il est

possible d'assigner une provenance géographique précise, à une pierre de construction donnée, à l'intérieur du même batholithe.

- (4) Pour un faciès granitique ou sédimentaire, une distinction est possible entre une population d'échantillons et un échantillon appartenant à deux intrusions différentes de deux batholithes différents ou à deux formations sédimentaires d'âge proche. Il est possible d'assigner une provenance géographique précise, à une pierre de construction donnée, entre deux batholithes/formations différents.

Grâce à ces exemples de pierres naturelles de construction, nous avons pu :

- (1) associer une fiche d'identité à un faciès granitique donné et exploité, indépendamment de son contexte géologique et des roches génétiquement associées mais non exploitées, ou à un faciès sédimentaire indépendamment de son environnement de dépôt,
- (2) commencer à alimenter une base de données des pierres naturelles de construction françaises,
- (3) développer une méthodologie générale d'identification des pierres de construction référencée ou non dans notre base de données,
- (4) mettre en place des protocoles spécifiques d'identification des pierres selon leur type, la question posée, selon les méthodes et techniques de caractérisation.

A long terme, nous pouvons espérer que ce travail pourrait s'inscrire dans un projet de labellisation des pierres de construction destinée à tenter d'apporter aux pierres françaises une protection contre les pierres d'importation, comme une Appellation d'Origine Contrôlée. La réglementation actuelle (par exemple, EN 12407 et EN 12670 ; ECS, 2000, 2002) et les pratiques habituelles doivent évoluer afin d'intégrer la variabilité d'une population de référence d'échantillons à partir d'un grand nombre de variables dans le but de créer des labels de provenance des pierres de construction.

Références Bibliographiques

Acquafredda P., Andriani T., Lorenzoni S., et Znettin E. (1999) – Chemical characterization of obsidians from different mediterranean sources by non-destructive SEM-EDS analytical method. *Journal of Archaeological Science*, 26, 315-326.

Acuana-Sorriaux G. (1981) – Le métamorphisme de contact du granite du Sidobre (Tarn). Thèse 3^e cycle, 193p.

Adams A. E., et MacKenzie W. S. (1998) – A Colour Atlas of Carbonate Sediments and Rocks Under the Microscope. Manson Publishing, UK, 182p.

Aissaoui D., et Perrier R. (1994) – Le granite du Sidobre (Tarn). *Mines et Carrières, Les Techniques*, 76, 81-89.

Al-Aasm I.S., Taylor B.E., et South B. (1990) – Stable isotope analysis of multiple carbonate samples using selective acid extraction. *Chemical Geology*, 80, 119-125.

Alvarado M. (1980) – Géologie des pays européens: Espagne, Grèce, Italie, Portugal, Yougoslavie. Comité National Français de Géologie, Dunod, France, 393p.

Améglio L., Vignerresse J.L, Darrozes J., et Bouchez J.L. (1994) – Forme du massif granitique du Sidobre (Montagne Noire, France) : sensibilité de l'inversion des données gravimétriques au contraste de densité. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris*, 319, II, 1183-1190.

Antonelli F., Gentili G., Renzulli A., et Amadori M.L. (2003) – Provenance of the ornamental stones used in the baroque church of S. Pietro in Valle (Fano, Central Italy) and commentary on their state of conservation. *Journal of Cultural Heritage*, 4, 299-312.

Arbey F., Cros P., Blanc P., et Tremblay P. (1999) – Analyse quantitative d'images de cathodoluminescence numérisée des roches de deux forages GPF. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 170, 5, 707-717.

Atzori P., Baeri P., D'Innocenzo A., Pappalardo G., Pappalardo L., et Reitano R. (1996) – « Fingerprint PIXE method » in the identification of the quarries of some lavic material used as building stone from the S.M. Maddalena Church in Buccheri-Sicily. *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, B*, 109/110, 639-643.

Autran A., Beurrier M., Calvez J.Y., Cocherie A., Fouillac A.M., et Rossi P. (1983). Age et origine des granitoïdes du batholite mancennien (Normandie, France). *Principaux résultats scientifiques et techniques du B.R.G.M.* 57.

Aydin A., et Basu A. (2005) – The Schmidt hammer in rock material characterization. *Engineering Geology*, 81, 1-14.

Bailey E.H., et Stevens R.E. (1960) – Selective staining of K-feldspar and plagioclase on rock slabs and thin sections. *The American Mineralogist*, 45, 1020-1025.

Ballèvre M., Le Goff E., et Hébert R. (2001) – The tectonothermal evolution of the Cadomian belt of northern Brittany, France: a Neoproterozoic volcanic arc. *Tectonophysics*, 331, 19-43.

- Barbey P. (2009) – Layering and schlieren in granitoids: a record of interactions between magma emplacement, crystallization and deformation in growing plutons. *Geologica Belgica*, 12, 3-4, 109-133.
- Barboni M., Bussy F., et Chiaradia M. (2011) – Origin of Early Carboniferous pseudo-adakites in northern Brittany (France) through massive amphibole fractionation from hydrous basalt. *Terra Nova*, 23, 1-10.
- Barrientos V., Delgado J., Navarro V., Juncosa R., Falcon I., et Vazquez A. (2010) – Characterization and geochemical properties of granite sawdust produced by the dimension stone industry of O Porriño (Pontevedra, Spain). *Quarterly Journal of Engineering Geology and Hydrogeology*, 43, 2, 141-155.
- Barrière M. (1975) – Relations entre les facies d'un massif granitique à structure concentrique: géologie et thermoluminescence. Le massif de Ploumanac'h. Thèse, Université de Lille, 224p.
- Barrière M. (1976) – Architecture et dynamisme du complexe éruptif centré de Ploumanac'h (Bretagne). *Bulletin du B.R.G.M.*, 2^{ème} série, I, 3, 248-296.
- Barrière M. (1977) – Le complexe de Ploumanac'h, massif Armoricaïn. Essai sur la mise en place et l'évolution pétrologique d'une association plutonique subalcaline tardi-orogénique. Thèse, Université de Bretagne Occidentale, Brest, 291p.
- Barrière M., et Chauris L. (1971) – Individualisation de trois ensembles structuraux dans le massif granitique de Ploumanac'h (Côtes du Nord). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris*, 273, 1779-1782.
- Bayly M.B. (1965) – The sampling error in modal analysis. *The American Mineralogist*, 50, 196-211.
- Beardsley F.R., et Goles G.G. (2001) – Sampling for Provenance: Tailings from Prehistoric Stone Quarries in the South Pacific. *Journal of Archaeological Science*, 28, 587-595.
- Benavente D., Garcia del Cura M.A., Fort R., et Ordonez S. (2004) – Durability estimation of porous building stones from pore structure and strength. *Engineering Geology*, 74, 113-127.
- Benavente D., Cueto N., Martinez-Martinez J., Garcia del Cura M.A., et Canaveras J.C. (2007) – The influence of petrological properties on the salt weathering of porous building rocks. *Environmental Geology*, 52, 215-224.
- Benzécri F. (1985) – Introduction à la classification ascendante hiérarchique d'après un exemple de données économiques. *Les cahiers de l'analyse des données*, 10, 3, 279-302.
- Berthois M.L. (1935) – Recherches sur les minéraux lourds des granites de la partie orientale du Massif Armoricaïn: Rennes. Société Géologique et Minéralogique de Bretagne, 190 p.
- Best M.G., et Christiansen E.H. (2000) – Igneous petrology. Blackwell Scientific Publications, Oxford, 458p.

Béziat P. (1973) – Style des déformations et figures d'interférences sur la bordure sud-est du Sidobre (versant nord de la Montagne Noire). Bulletin du B.R.G.M., 2^{ème} série, IV, 3, 161-183.

Bläuer C., et Kueng A. (2007) – Examples of microscopic analysis of historic mortars by means of polarising light microscopy of dispersions and thin sections. Special issue, Materials Characterization, 58, 11–12, 1199–207.

Borrel A. (1978) – Le Massif granitique du Sidobre : pétrographie, structure, relations mise en place-cristallisation. Thèse 3eme cycle, Université de Paul Sabatier, Toulouse, 122.

Borelli E., et Umland A. (1999) – ARC Laboratory Handbook. Rome: ICCROM.
http://www.iccrom.org/pdf/ICCROM_14_ARCLabHandbook00en.pdf.

Bouchez J.L. (2000) – Anisotropie de susceptibilité magnétique et fabrique des granites. Comptes Rendus de l'Académie des Sciences, 330, 1-14.

Bouchez J.L., Hutton D.H.W., et Stephens W.E. (1997) – Granite: From Segregation of Melt to Emplacement Fabrics. Petrology and Structural Geology (8), Kluxer Academic Publishers, London, 358p.

Bourne J.H. (1993) – Use of Magnetic Susceptibility, Density, and Modal Mineral data as a Guide to the Composition of Granitic Plutons. Mathematical Geology, 25, 3, 357-375.

Brand S. (1995) – How Buildings Learn: What Happens after They're Built. New York: Penguin Books.

Brigaud B., Durllet C., Deconinck J.-F., Vincent B., Pucéat E., Thierry J., et Trouiller A. (2009) – Facies and climate/environmental changes recorded on a carbonate ramp: A sedimentological and geochemical approach on Middle Jurassic carbonates (Paris Basin, France). Sedimentary Geology, 222, 3-4, 181-206.

Brown M., et D'Lemos R.S. (1991) – The Cadomian granites of Mancellia, northeast Armorican massif of France: relationship to the St. Malo migmatite belt, petrogenesis and tectonic setting. Precambrian Research, 51, 393-427.

Cackler P.R., Glascock M.D., Neff H., Iceland H., Pyburn K.A., Hudler D., Hester T.R., et Chiarulli B.M. (1999) – Chipped stone artefacts, sources areas, and provenance studies of the Northern Belize Chert-bearing Zone. Journal of Archaeological Science, 26, 389-398.

Calcaterra D., Cappelletti P., L'Angella A., Colella A., et de Gennaro M. (2004) – The ornamental stones of Caserta province: the Campanian Ignimbrite in the medieval architecture of Casertavecchia. Journal of Cultural Heritage, 5, 137-148.

Cameron D.G., Idoine N.E., McDonnell P.M., Hyslop E., Brown T.J., et Hill A.J. (2008) – Directory of Mines and Quarries. British Geological Survey.

Campos Egea R. (1998) – Estudio geológico y gravimétrico de los granitoides de la antiformal de Cáceres : aplicación a la exploración de yacimientos minerales. Thèse, Madrid, 112p.

Capdevila R., Corretge G., et Floor O. (1973) – Les granitoïdes varisques de la Meseta ibérique. *Bulletin de la Société Géologique de France*, 7, 15, 3-4, 209-225.

Capdevila R. (2006) – Les granites varisques du massif Armoricaïn. Séminaire AREVA-BUM-DEX, 33-81.

Capdevila R. (2010) – Les granites varisques du Massif Armoricaïn. *Bulletin de la Société Géologique et Minéralogique de Bretagne*, D, 7, 1-52.

Capedri S., et Venturelli G. (2003) – Trachytes employed for funerary artefacts in the Roman Colonies Regium Lepidi (Reggio Emilia) and Mutina (Modena) (Italy): provenance inferred by petrographic and chemical parameters and magnetic susceptibility. *Journal of Cultural Heritage*, 4, 319-328.

Capedri S., Grandi R., et Venturelli G. (2003) – Trachytes used for paving Roman roads in the Po Plain: Characterization by petrographic and chemical parameters and provenance of flagstones. *Journal of Archaeological Science*, 30, 491-509.

Capedri S., Venturelli G., et Photiades A. (2004) – Accessory minerals and $\delta^{18}\text{O}$ and $\delta^{13}\text{C}$ of marbles from the Mediterranean area. *Journal of Cultural Heritage*, 5, 27-47.

Capedri S., et Venturelli G. (2005) – Provenance determination of trachytic lavas, employed as blocks in the Romanesque cathedral of Modena (Northern Italy), using magnetic susceptibility, and petrographic and chemical parameters. *Journal of Cultural Heritage*, 6, 7-19.

Cardell C., Benavente D., et Rodriguez-Gordillo J. (2008) – Weathering of limestone building material by mixed sulfate solutions. Characterization of stone microstructure, reaction products and decay forms. *Materials characterization*, 59, 1371-1385.

Carpentier F.G. (2005) – Introduction aux analyses multidimensionnelles. Documents pédagogiques à télécharger, 2005/2006, (<http://geai.univ-brest.fr/~carpenti/index2005.html>).

Carracedo M. (1991) – Contribucion al studio del batolito de Los Pedroches (Cordoba). PhD Thesis, Universidad Pais Vasco/EHU, Spain, 443 p.

Carracedo M., Paquette J.L., Alonso Olazabal A., Santos Zalduegui J.F., Garcia de Madinabeitia S., Tiepolo M., et Gil Ibarguchi J.I. (2009) – U-Pb dating of granodiorite and granite units of the Los Pedroches batholith. Implications for geodynamic models of the southern Central Iberian Zone (Iberian Massif). *International Journal of Earth Sciences*, 98, 1609-1624.

Carta L., Calcaterra D., Cappelletti P., Langella A., et De'Gennaro M. (2005) – The stone materials in the historical architecture of the ancient center of Sassari : distribution and state of conservation. *Journal of Cultural Heritage*, 6, 277-286.

Cassard D., Feybesse J., et Lescuyer J.L. (1993) – Variscan crustal thickening extension and late overstacking during the Namurian-Westphalian in the western Montagne Noire (France). *Tectonophysics*, 222, 33-53.

Castro A. (1986) – Structural pattern and ascent model in the Central Extremadura batholith, Hercynian belt, Spain. *Journal of Structural Geology*, 8, 633-645.

Castro A., Patiño Douce E., Corretgé L.G., D. de la Rosa J., El-Biad M., et El-Hmidi H. (1999) – Origin of peraluminous granites and granodiorites, Iberian Massif, Spain : an experimental test of granite petrogenesis. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 135, 255-276.

Cayeux L. (1931) – Introduction à l'étude pétrographique des roches sédimentaires. *Memoires de la Carte Géologique de la France*, 504 p.

Chantraine J., Chauris L., Cabanis B., Chauris M.M., Larsonneur C., Herrouin Y., Rabu D., Lulzac Y., et Bos P. (1986) – Notice explicative de la carte géologique de Plestin-les-grèves à 1/50000, 84 p.

Chantraine J., Egal E., Thiéblemont D., Le Goff E., Guerrot C., Ballèvre M., et Guennoc P. (2001) – The Cadomian active margin (North Armorican Massif, France): a segment of the North Atlantic Panafrican belt. *Tectonophysics*, 331, 1-18.

Charpentier A. (2009) – Le cercle de corrélations en ACP, (<http://blogperso.univ-rennes1.fr/arthur.charpentier/index.php/post/2009/02/02/Le-%22cercle-des-corr%C3%A9lations%22-en-ACP>)

Charretier G. (2006) – Caractérisation géochimique et isotopique (Nd-Sr) des intrusions tardi-hercyniennes de Ploumanac'h et de Saint-Jean du Doigt (NW du Massif Armoricain). Rapport de Master Géologie et Géophysique, Université de Rennes 1, 28.

Chauris L., Dangeard L., Graindor M.J., et Lapparent A. (1956) – Les principaux batholites granitiques du Bocage normand sont antérieurs à la transgression cambrienne. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*. 243, 77-79.

Chauris L. (1991) – Le granit orbiculaire de La Clarté. *Le Mausolée*, 663, 50-52.

Chauris L. (1993) – Emploi de roches volcaniques dans les édifices religieux anciens du Trégorrois. *Mémoires de la Société d'Emulation des Côtes d'Armor*. XXI, 31-53.

Chauris L. (1993) – Géologie et histoire de l'architecture: la provenance des pierres utilisées dans la construction des édifices religieux de la région morlaisienne. *Bull. de la Société Archéologique du Finistère*. CXXII, 225-273.

Chauris L. (1993) – Le bassin granitique de La Clarté-Ploumanac'h dans les Côtes d'Armor. *Pierre Dimensionnelle, Mines et Carrières, Industrie Minérale*, 1-6.

Chayes F. (1954) – Effect of grain size on the efficiency of modal analysis of granitic rocks. *Bulletin of the Geological Society of America*, 65, 12, 1238-1239.

Chayes F. (1956) – *Petrological Modal Analysis*. New York, John Wiley & Sons, Inc., 119p.

Chen W-S., Yang H-C., Wang X., et Huang H. (2002) – Tectonic setting and exhumation history of the Pingtan-Dongshan Metamorphic Belt along the coastal area, Fujian Province, Southeast China. *Journal of Asian Earth Sciences*, 20, 829-840.

Cnuddle V., Cwirzen A., Masschaele B., et Jacobs P.J.S. (2009) – Porosity and microstructure characterization of building stones and concrete. *Engineering Geology*, 103, 76-83.

Cobbing J. (2000) – The Geology and Mapping of Granite Batholiths. *Lectures Notes in Earth Sciences*, 96, XII, Springer-Verlag, Berlin, 131p.

Colao F., Fantoni R., Ortiz P., Vasquez M.A., Martin J.M., Ortiz R., et Idris N. (2010) – Quarry identification of historical building materials by means of laser induced breakdown spectroscopy, X-ray fluorescence and chemometric analysis. *Spectrochimica Acta Part B*, 65, 688-694.

Cooper B.J. (2010) – Toward establishing a « Global Heritage Stone Resource » designation. *Episodes*, 33, 1, 1-4.

Coplen T.B., Kendall C., et Hopple J. (1983) – Comparison of stable isotope reference samples. *Nature*, 30, 236-238.

Coy-III R. (1970) – Quelques aspects de la cathodoluminescence des minéraux. *Chemical Geology*, 5, 243-254.

Creixell C., Parada M.A., Roperch P., Morata D., Arriagada C., et Pérez de Arce C. (2006) – Syntectonic emplacement of the Middle Jurassic Concon Mafic Dike Swarm, Coastal Range, central Chile (33°S). *Tectonophysics*, 425, 101-122.

Cucarull J. (2001) - Le Granit en Ile-et-Vilaine - une économie, des hommes, un patrimoine. 86p.

D'Lemos R.S., Strachan R.A., et Topley C.G. (1990) – The Cadomian orogeny in the North Armorican Massif: a brief review. *Geological Society of London, Special Publications*, 51, 3-12.

Dadet P., Beurrier M., et Lautridou J.P. (1984) – Notice de la Carte Géologique de la France à 1/50 000e, St-Hilaire-du-Harcouët, n°1316.

Darrozes J., Moisy M., Olivier Ph., Améglio L., et Bouchez J.L. (1994) – Structure magmatique du granite du Sidobre (Tarn, France) : de l'échelle du massif à celle de l'échantillon. *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences Paris*, 318, II, 243-250.

De Baker C., et Gerard R. (2010) – Collage des pierres et des marbres. Belgique, Publications du CSTC, 40 p.

Debon F., et Le Fort P. (1988) – A cationic classification of common plutonic rocks and their magmatic associations: principles, method, applications. *Bulletin de Minéralogie*, 11, 493-510.

- Decitre S., Gasquet D., et Marignac C. (2002) – Genesis of orbicular granitic rocks from the Ploumanac'h plutonic complex (Brittany, France): petrographical, mineralogical and geochemical constraints. *European Journal of Mineralogy*, 14, 4, 715-731.
- Defalque G., Demaiffe D., Dumont P., et Lalieux Ph. (1992) – Le batholite de « Los Pedroches » (Sierra Morena), Etudes cartographique, pétrographique, géochimique, géochronologique et métallogénique. *Annales de la Société Géologique de Belgique*, 115, 1, 77-89.
- Degryse P., Muchez P., Loots L., Vandeput L., et Waelkens M. (2003) – The building Stones of Roman Sagalassos (SW Turkey): Facies Analysis and Provenance. *Facies*, 48, 9-22.
- Delance J-H. (1964) – Meyendorffina et Orbitammina dans les calcaires du Comblanchien au SW de Dijon. *Revue de Micropaléontologie*, 7, 219-222.
- Delmas J., Brosse E., et Houel P., (2010) – Petrophysical properties of the Middle Jurassic Carbonates in the PICOREF Sector (South Champagne, Paris Basin, France). *Oil & Gas Science and Technology, Revue de l'IFP* 65, 3, 405-434.
- Devos A., Fronteau G., Lejeune O., Sosson C., Chopin E., et Barbin V. (2010) – Influence of geomorphological constraints and exploitation techniques on stone quarry spatial organisation. Example of Lutetian underground quarries in Rheims, Laon and Soissons areas. *Engineering Geology*, 115, 268-275.
- Dias G., Leterrier J., Mendes A., Simoes P.P., et Bertrand J.M. (1998) – U-Pb zircon and monazite geochronology of post-collisional Hercynian granitoids from the Central Iberian Zone (Northern Portugal). *Lithos*, 45, 349-369.
- Dias G., Simoes P.P., Ferreira N., et Leterrier J. (2002) – Mantle and Crustal Sources in the Genesis of Late-Hercynian Granitoids (NW Portugal): Geochemical and Sr-Nd Isotopic Constraints. *Gondwana Research*, 5, 2, 287-305.
- Didier J. (1964) – Etude pétrographique des enclaves de quelques granites du Massif Central français. Thèse 3eme cycle, Université de Clermont, 254p.
- Didier J. (1973) – Granites and their enclaves. The bearing of enclaves on the origin of granites. *Developments in Petrology*, n°3, Amsterdam, 393p.
- Didier J., et Barbarin B. (1991) – Enclaves and Granite Petrology. *Developments in Petrology* (13), Elsevier, 625p.
- Doehne E., et Price C. (2010) – Stone Conservation. An overview of Current Research. Second Edition, The Getty Conservation Institute, Los Angeles, 158p.
- Donaire T., Pascual E., Pin C., et Duthou J.L. (1999) – Two-stage granitoid-forming event from an isotopically homogeneous crustal source : The Los Pedroches batholith, Iberian Massif, Spain. *Geological Society of America Bulletin*, 111, 12, 1897-1906.
- Dondin F. (2004) – Mesure de la durée de mise en place du complexe plutonique de Ploumanac'h (Bretagne, France) par la méthode ^{40}Ar - ^{39}Ar , *Géosciences-Rennes*, 25 p.

Doré F., Dupret L., et Le Gall J. (1984) – Les premiers temps de la transgression cambrienne sur le socle dans le Cotentin. *Bulletin de la Société Géologique et Minéralogique de Bretagne*, C, 16, 1, 49-59.

Dragranits E. (2009) – The archaic sanctuary on Despotiko Island (Cyclades): Geological outline and lithological characterization of the building stones, with their possible provenance. *Austrian Journal of Earth Sciences*, 102- 91-101.

Dreesen R., et Dusar M. (2004) – Historical building stones in the province of Limburg (NE Belgium): role of petrography in provenance and durability assessment. *Materials Characterization*, 53, 273-287.

Duby C., et Robin S. (2006) – Analyse en Composantes Principales. Support de cours, Institut National Agronomique Paris-Grignon, Département O.M.I.P., 54p.
(<http://www.agroparistech.fr/-Supports-de-cours-.html>).

Dumon P. (1968) – La pierre marbrière de la région de Comblanchien (Côte d'Or). *Bulletin d'Information des Géologues du Bassin de Paris*, 17, 173-181.

ECS (2000) – EN 12407: Méthodes d'essai pour pierres naturelles – Examen Pétrographique. European Committee for Standardization. European Standard. Brussels.

ECS (2002) – EN 12670: Pierre Naturelle – Terminologie. European Committee for Standardization. European Standard. Brussels.

Eraso A., et Garrote A. (1984) – El batolito de Los Pedroches en la transversal de Cardena, Cordoba. *Cadernos do Laboratorio Xeolóxico de Laxe*, 8, 235-256.

Eurofins-LEM (2007) – Analyses de reconnaissance de pierre naturelle. Etude de faisabilité de spéciation de roches plutoniques. Rapport MH071132V1-SL, 14p.

Everitt B.S., Landau S., et Leese M. (2001) – Cluster analysis (4th edition). Arnold, London, 237.

Evensen N.M., Hamilton P.J., et O'Nions R.K. (1978) – Rare-Earth abundances in chondritic meteorites. *Geochimica et Cosmochimica Acta*, 42, 1199-1212.

Exley C.S. (1963) – Quantitative Areal Modal Analysis of Granitic Complexes: A further contribution. *Geological Society of America Bulletin*, 74, 649-654.

Fernandez C., et Castro A. (1999) – Pluton accommodation at high strain rates in the Upper continental crust. The example of the Central Extremadura batholith, Spain. *Journal of Structural Geology*, 21, 1143-1149.

Fernandez-Suarez J., Gutierrez-Alonso G., Johnston S.T., Jeffries T.E., Pastor-Galan D., Jenner G.A., et Murphy J.B. (2011) – Iberian late-Variscan granitoids : Some considerations on crustal sources and the significance of « mantle extraction ages ». *Lithos*, 123, 121-132.

- Flinn D. (1962) – On folding during three-dimensional progressive deformation. *Quarterly Journal Geological Society London*, 118, 385-433.
- Floquet M., Laurin B., Laville P., Marchand D., Menot J.C., Pascal A., et Thierry J. (1989) – Les systèmes sédimentaires bourguignons d'âge Bathonien terminal-Callovien. *Bulletin Centre de Recherches Elf-Aquitaine*, 13, 1, 133-165.
- Flügel E. (2004) – *Microfacies of Carbonate Rocks. Analysis, Interpretation and Application*. Springer-Verlag, Berlin, 976 p.
- Folk R.L. (1959) – Practical petrographic classification of limestones. *American Association of Petroleum Geologists Bulletin*, 43, 1-38.
- Fort R., Alvarez de Buergo M., Perez-Monserrat E., et Varas M.J. (2010) – Characterization of monzogranitic batholiths as a source for heritage construction in the northwest of Madrid. *Engineering Geology*, 115, 149-157.
- Foucault A., et Raoult J.F. (2001) – *Dictionnaire de Géologie*, Dunod (Ed), 5^e Edition, 379p.
- Fronteau G., Barbin V., et Pascal A. (1999) – Impact du faciès sédimento-diagénétique sur l'altération en œuvre d'un géomatériau calcaire. *Compte Rendus de l'Académie des Sciences, Géomatériaux*, 328, 671-677.
- Fronteau G., Moreau C., Thomachot-Schneider C., et Barbin V. (2010) – Variability of some Lutetian building stones from the Paris Basin, from characterization to conservation. *Engineering Geology*, 115, 158-166.
- Frost B.R., Barnes C.G., Collins, W.J., Arculus R.J., Ellis D.J., et Frost C. D. (2001) – A Geochemical Classification for Granitic Rocks. *Journal of Petrology*, 42, 11, 2033-2048.
- Frost B. R., et Frost C.D. (2008) – A geochemical classification for feldspathic igneous rocks. *Journal of Petrology* 49, 1955-1969.
- Frost B. R., et Frost C.D. (2011) – On Ferroan (A-Type) Granitoids: their Compositional Variability and Modes of Origin. *Journal of Petrology*, 52, 1, 39-53.
- Gabriel A., et Cox E.P. (1929) – A staining method for the quantitative determination of certain rock minerals. *The American Mineralogist*, 14, 290-292.
- Galán E., Carretero M.I. et Mayoral E. (1999) – A methodology for locations the original quarries used for constructing historical buildings: applications to Malaga Cathedral, Spain. *Engineering Geology*, 54, 287-298.
- Garcia J.-P. (1993) – Les variations du niveau marin sur le Bassin de Paris au Bathonien-Callovien. Impacts sur les communautés benthiques et sur l'évolution des Ornithellidés (Terebratulidina). Thèse 3eme cycle, Mémoires Géologiques de l'Université de Dijon, 307p.
- García-Garzón J. (1987) – Datación por el método de Rb-Sr de dos muestras de granito de Galicia: granito tipo Padrón y granito tipo Porriño. *Bolletino Geologico de España*, 98, 107–110.

Garcia-Talegon J., Vicente M.A., Molina-Ballesteros E., et Vicente-Tavera S. (1999) – Determination of the origin and evolution of building stones as a function of their chemical composition using the inertia criterion based on an HJ-biplot. *Chemical Geology*, 153, 37-51.

Gaumet F. (1997) – Fondements géologiques pour la modélisation stratigraphique des systèmes carbonatés. Le Jurassique Moyen de l'Angleterre à la Méditerranée. Thèse 3eme cycle, 245p.

Gay P. (1965) – An X-ray powder method for the estimation of (K, Ba) feldspars. *Mineralogical Magazine*, 34, 204-213.

Gélard J.P. (1978) – La fracturation de la Bourgogne méridionale. Essai d'interprétation et implications tectoniques régionales. *Revue de Géographie Physique et de Géologie Dynamique*, 2, XX, 1, 5-28.

Georget Y. (1986) – Nature et origine des granites peralumineux à cordierite et des roches associées. Exemple des granitoïdes du massif Armoricaïn (France) pétrologie et géochimie. Thèse de Doctorat, Mémoires et Documents du Centre Armoricaïn d'Etudes Structurale des socles, 9, Université de Rennes 1, 298p.

Gervais F., Riss J., et Gentier S. (1993) – Caractérisation stéréologique de la géométrie d'un massif rocheux fracturé : application aux carrières de Comblanchien (Côte d'Or, France). *Bulletin de la Société géologique de France*, 164, 3, 459-471.

Ghalamghash J., Bouchez J.L., Vosoughi-Abedini M., et Nédélec A. (2009) – The Urumieh Plutonic Complex (NW Iran): Record of the geodynamic evolution of the Sanandaj-Sirjan zone during Cretaceous times – Parts II: Magnetic fabrics and plate tectonic reconstruction. *Journal of Asian Earth Sciences*, 36, 303-317.

Gliozzo E., Damiani D., Camporeale S., Memmi I., et Papi E. (2011) – Building materials from Thamsida (Rabat, Morocco): a diachronic local production from the Roman to the Islamic period. *Journal of Archaeological Science*, 38, 1026-1036.

Gloaguen E. (2006) – Apports d'une étude intégrée sur les relations entre granites et mineralisations filoniennes (Au et Sn-W) en contexte tardi-orogénique (Chaîne Hercynienne, Galice Centrale, Espagne). Thèse, Orléans, 574.

Gökay M.K., et Gundogdu I.B. (2008) – Color identification of some Turkish marbles. *Construction and Building Materials*, 22, 1342-1349.

Gomez-Heras M., et Fort R. (2004) – Location of quarries of non-traditional stony materials in the architecture of Madrid: the crypt of Santa Maria la Real de la Almudena. *Materiales de Construcción*, 54 (274), 31-47.

Götze J. (2000) – Cathodoluminescence in applied geosciences. In: Pagel M., Barbin V., Blanc P., Ohnenstetter D. (Eds). *Cathodoluminescence in geosciences*. Berlin Heidelberg, Springer Verlag, 457-477.

Götze J. (2009) – Application of Nomarski DIC and cathodoluminescence (CL) microscopy to building materials. *Materials Characterization*, 60, 594-602.

Götze J., et Siedel H. (2004) – Microscopic scale characterization of ancient building sandstones from Saxony (Germany). *Materials Characterization*, 53, 209-222.

Götze J., et Siedel H. (2007) – A complex investigation of building sandstones from Saxony (Germany). *Materials Characterization*, 58, 1082-1094.

Götze J., Siedel H., et Magnus M. (2007) – Provenance determination of building sandstones: a methodology applied to Cretaceous sandstones from Saxony (Germany). *Bestimmung der Herkunft von Bausandsteinen: Methodische Untersuchungen an kretazischen Sandsteinen Sachsens, Deutschland*, 158, 807-819.

Gratuze B. (1999) – Obsidian characterization by laser ablation ICP-MS and its application to prehistoric trade in the Mediterranean and the Near East: sources and distribution of obsidian within the Aegean and Anatolia. *Journal of Archaeological Science*, 26, 869-882.

Gunes Yilmaz N., Karaca Z., Goktan R.M., et Akal C. (2009) – Relative brittleness characterization of some selected granitic building stones : Influence of mineral grain size. *Construction and Building Materials*, 23, 370-375.

Hamet J. (1975) – Etude systématique par la méthode ^{87}Rb - ^{87}Sr des processus orogéniques. Exemple de la Montagne Noire. Thèse 3ème cycle, Université de Paris VII, 248p.

Hora Z.D., et Hancock K.D. (2008) – Geology of the Parliament Buildings 6. Geology of the British Columbia Parliament Buildings, Victoria. *Geoscience Canada*, 35, 2, 88-96.

Hyslop E., et Alborno-Parra L. (2009) – Developing a future repairs strategy for a sandstone city : A petrographic investigation of building stone in Glasgow, Scotland. *Materials Characterization*, 60, 636-643.

Hyslop E., McMillan A., Cameron D., Leslis A., et Lott G. (2010) – Building stones databases in the UK : A practical resource for conservation. *Engineering Geology*, 115, 143-148.

Inigo A.C., Lopez-Moro F.J., Vicente-Tavera S., et Rives V. (2005) – Monitoring of origin and evolution of building stones through their major components. *Journal of Materials in Civil Engineering*, 17, 4, 440-446.

Irvine T.N. et Baragar W. R.A. (1971) – A guide to the chemical classification of the common volcanic rocks. *Canadian Journal of Earth Sciences*, 8, 523-548.

Isnard P. (1982) – Etude chimique du massif granitique du Sidobre (Tarn). Contribution à la méthodologie d'étude des grands échantillonnages. *Sciences de la Terre*, 41, 417p.

Isnard P., et Leymarie P. (1964) – Observations sur le fil du granite dans les carrières du Sidobre (Tarn). *Sciences de la Terre*, IX, 4, 421-437.

Javaux C. (1992) – La Plate-forme parisienne et bourguignonne au Bathonien Terminal et au Callovien. Dynamique sédimentaire, séquentielle et diagénétique. Place et création des réservoirs potentiels. Thèse 3ème cycle, Mémoires Géologiques de l'Université de Dijon, 338p.

- Jefferson D.P. (1993) – Building stone: the geological dimension. *Quarterly Journal of Engineering Geology*, 26, 305-319.
- Jobson J.D. (1992) – *Applied Multivariate Data Analysis; Volume II : Categorical and Multivariate Methods*. Springer Verlag, New York, 731p.
- Jolliffe I.T. (1986) – *Principal Component Analysis*. New York, Springer, Université de Genève, 271p.
- Jonin M. (1969) – Etude pétrographique du massif granitique de Bonnemain (35). Thèse 3eme cycle, Clermont-Ferrand, 84 p.
- Jonin M. (1973) – Les différents types granitiques de la Mancellia et l'unité du batholite manceau (Massif Armoricaïn). *Comptes Rendus de l'Académie des Sciences*, 277, 281-284.
- Jonin M. (1981) – Un batholite fini-précambrien : le batholite mancennien (Massif Armoricaïn, France), étude pétrographique et géochimique. Thèse doctorat d'Etat, Brest, 319 p.
- Kampfova H., et Prikryl R. (2006) – Structure of electronic database of Czech dimension stones. *Geophysical Research Abstracts*, 8, n°A-03420.
- Karner D.B., Lombardi L., Marra F., Fortini P., et Renne P.R. (2001) – Age of Ancient Monuments by Means of Building Stone Provenance : a Case Study of the Tullianum, Rome, Italy. *Journal of Archaeological Science*, 28, 387-393.
- Kastenmeier P., Di Maio G., Balassone G., Boni M., Joachimski M., et Mondillo N. (2010) – The source of stone building materials from the Pompeii archaeological area and its surroundings. *Periodico di Mineralogia, Special Issue*, 39-58.
- Kuno H. (1966) – Lateral variation of basalt magma types across continental margins and island arcs. *Bulletin Volcanologique*, 29, 195-222.
- Laduron D. (1966) – Sur les procédés de coloration sélective des feldspaths en lame mince. *Annales de la Société Géologique de Belgique*, 89, 281-294.
- Lamotte D. (2004) – Constitution d'une lithothèque: collection d'échantillons de carriers et d'échantillons archéologiques de roches utilisées pour la construction bourguignonne. Pétrographie, extraction, mise en œuvre, archives. *Bulletin du Centre d'Etudes Médiévales d'Auxerre. BUCEMA*, 8, <http://cem.revues.org/index967.html>
- Laniz R.V., Stevens R.E., et Norman M.B. (1964) – Staining of plagioclase feldspars and other minerals with F.D. and C. Red No. 2. *Geological Survey Research*, 501-B, 152-153.
- Larrea F.J., Carracedo M., Alonso Olazabal A., Donaire T., et Pascual E. (2004) – El batolito de Los Pedroches. In: Vera JA (ed). *Geologia de España*. Ed. Soc. Geol. España-IGME, Madrid, 122-124.

- Lazzarini L., Borrelli E., Bouabdelli M., et Antonelli F. (2007) – Insight into the conservation problems of the stone building « *Bab Agnaou* », a XII cent. monumental gate in Marrakech (Marocco). *Journal of Cultural Heritage*, 8, 315-322.
- Le Gall J. (1999) – Les dolérites et basaltes tholéitiques varisques du domaine nord-est armoricain. *Géologie de France*, 4, 3-26.
- Le Gall J., et Barrat J.A. (1987) – Pétrologie du magmatisme tardi-cadomien du domaine nord-armoricain: l'exemple des complexes basiques et ultrabasiques d'Ernée et de Trégomar. *Géologie de France*, 1, 3-22.
- Le Gall J., et Mary G. (1983) – Place et signification du complexe basique de Brée et des autres veines gabbroïques et doléritiques dans l'histoire cadomo-varisque de l'Est du Massif armoricain. *Bulletin de la Société Géologique et Minéralogique de Bretagne*, 15, 169-180.
- Le Maitre R.W. (1982) – Numerical Petrology: statistical interpretation of geochemical data. *Developments in Petrology*, 8, Elsevier, Amsterdam, 281p.
- Lo C.H., et Lee C.Y. (1996) – $^{40}\text{Ar}/^{39}\text{Ar}$ dating of the high-pressure rocks in the Tananao Basement Complex, Taiwan. *Journal Geologic of Society China*, 39, 13-30.
- Long J.V.P., et Agrell S.O. (1965) – The cathodo-luminescence of minerals in thin section. *Mineralogical Magazine*, 34, 318-325.
- Li X.H. (2000) – Cretaceous magmatism and lithospheric extension in Southeast China. *Journal of. Asian Earth Sciences*, 18, 293-305.
- Link R.F., et Koch G.S. (Jr) (1962) – Quantitative Areal Modal Analysis of Granitic Complexes: Discussion. *Geological Society of America Bulletin*, 73, 411-414.
- Liritzis I., Sideris C., Vafiadou A., et Mitsis J. (2008) – Mineralogical, petrological and radioactivity aspects of some building material from Egyptian Old Kingdom monuments. *Journal of Cultural Heritage*, 9, 1-13.
- Lott G., et Cameon D. (2005) – The building stones of South East England; mineralogy and provenance. In: 10th Euroseminar on Microscopy Applied to Building Materials, Paisley, Scotland, 21-25 June 2005.
- MacDonald G.A. (1968) – Composition and origin of Hawaiian lavas. In: Coats R.R., Hay R.L., and Anderson C.A (eds), *Studies in volcanology: a memoir in honour of Howel Williams*. Geological Society of America Memoires, 116, 477-522.
- MacDonald G.A., et Katsura T. (1964) – Chemical composition of Hawaiian lavas. *Journal of Petrology*, 5, 83-133.
- Malfilatre C., Boulvais P., Dabard M.P., Bourquin S., Hallot E., Pallix D., et Gapais D., (2012) – The Comblanchien building Limestone (Bourgogne, France): petrographical and geochemical quantitative characterization. *Comptes Rendus Géoscience*. In press.

Maniar P.D., et Piccoli P.M., (1989) – Tectonic discrimination of granitoids. *Geological Society of America Bulletin*, 101, 635-643.

Marcoux E., Cocherie A., Ruffet G., Darboux J-R., et Guerrot C. (2009) – Géochronologie revisitée du dôme du Léon (Massif Armoricaïn, France). *Géologie de la France*, 1, 19-40.

McCrae J.M. (1950) – On the isotope chemistry of carbonates and a palaeotemperature scale. *Journal of Chemical Physics*, 18, 849-857.

McMillan A., Hyslop E., Maxwell I., et McKinney A. (2006) – Indigenous stone resources for Scotland's Built Heritage. *Geological Society of London*, 825, 1-10.

Medus J., et Mojon P.O. (1996) – A remarkable palynoflora from an emersive layer of the "Calcaire de Comblanchien" (Lower to Middle Bathonian) of Burgundy (France). *Archives des Sciences*, 49, 2, 105-117.

Montani C. (2009) – Stone 2008. *World Marketing Handbook*. Gruppo Editoriale Faenza Editrice, Faenza.

Moropoulou A., Polikreti K., Ruf V., et Deodatis G. (2003) – San Francisco Monastery, Quito, Equador: Characterization of building materials, damage assessment and conservation considerations. *Journal of Cultural Heritage*, 4, 101-108.

Moropoulou A., et Polikreti K. (2009) – Principal Component Analysis in monument conservation : Three application examples. *Journal of Cultural Heritage*, 10, 73-81.

Neilson M.J., et Brockman G.F. (1977) – The error associated with point-counting. *American Mineralogist*, 62, 1238-1244.

Nicaise D., et Steenhoudt P. (2009) – Le tache par oxydation des granites en façade. *CSTC-Contact n°24* (4-2009).

Nijland T.G., Dubelaar C.W., Tolboom H.J., et Van Hees R.P.J. (2006) – Building stones from a muddy delta: native natural stone from The Netherlands. *Abstracts in Heritage, Weathering and Conservation, International Conference, Fort, Alvarez de Buergo, Gomez-Heras, Vazquez-Calvo, Chenel, Varas et Perez-Monserrat (Eds.)*, 208.

Nomarski G., et Weill A.R. (1954) – Sur l'observation des figures de croissance des cristaux par les méthodes interférencielles à deux ondes. *Bulletin de la Société Française de Minéralogie et de Cristallographie*, 77, 840-848.

Otofuji Y., Uno K., Higashi T., Ichikawa T., Ueno T., Mishima T., et Matsuda T. (2000) – Secondary remanent magnetization carried by magnetite inclusions in silicates: a comparative study of unremagnetized and remagnetized granites. *Earth Planetary Sciences Letters*, 180, 3-4, 271-285.

Pascual E., Donaire T., et Pin C. (2008) – The significance of microgranular enclaves in assessing the magmatic evolution of a high-level composite batholith: A case on the Los Pedroches Batholith, Iberian Massif, Spain. *Geochemical Journal*, 42, 177-198.

Pasteels P., et Doré F. (1982) – Age of the Vire-Carolles granite. In: ODIN, G.S. (ed.) Numerical Dating in Stratigraphy, Part II, John Wiley & Sons, New York, 784-790.

Peccerillo A., et Taylor S.R., (1976) – Geochemistry of Eocene calc-alkaline volcanic rocks from the Kastamonu area, Northern Turkey. *Contributions to Mineralogy and Petrology*, 58, 63-81.

Pecchioni E., Cantisani E., Pallecchi P., Fratini F., Buccianti A., Pandelli E., Rescic S., et Conticelli S. (2007) – Characterization of the amphorae, stone ballast and stowage materials of the ships from the archeological site of Pisa-San Rossore, Italy : Inferences on their provenance and possible trading routes. *Archaeometry*, 49, 1, 1-22.

Perrier R. (1992) – Les roches ornementales d’Espagne. Mines et Carrières, Les Techniques, 74, 147-158.

Perrier R. (1993) – Les roches ornementales du Portugal. Mines et Carrières, Les Techniques, 75, 61-69.

Perrier, R., 1993. Les roches ornementales de Bourgogne. Mines et Carrières, Les Techniques 75, 72-83.

Perrier R. (1997) – La « Côte des Pierres » en Bougogne. Mines et Carrières, Les Techniques, 79, 47-55.

Philpotts A.R. (1990) – Principles of Igneous and Metamorphic Petrology. Prentice Hall, Englewood Cliffs, N.J.

Pomerol C. (1975) – Stratigraphie et paléogéographie : Ere Mésozoïque. Doin, 383 p.

Prieto B., Sanmartin P., Silva B., et Martinez-Verdu F. (2010) – Measuring the Color of Granite Rocks : A Porposed Procedure. *Color Research and Application*, 35, 5, 368-375.

Purser B.H. (1975) – Sédimentation et diagénèse précoce des séries carbonatées du Jurassique Moyen de Bourgogne. Thèse 3eme cycle, Orsay, 383p.

Ragland P.C., Conley J.F., Parker W.C., et Van Orman J.A. (1997) – Use of principal components analysis in petrology: an example from the MARTinsvilles igneous complex, Virginia, USA. *Mineralogy and Petrology*, 60, 165-184.

Rat P. (1991) – La pierre marbrière de Comblanchien (Côte d'Or - France). Carrières et constructions en France et dans les pays limitrophes. Actes du 115e Congrès national des sociétés savantes. Avignon, 9-12 avril 1990, 133-146.

Reedy C. L. (2008) – Thin-Section Petrography of Stone and Ceramic Cultural Materials. Archetype Publications, London, 288 p.

Rémond C., Blanalt J.C., et Bigot M. (1985) – Carte géologique de Beaune au 1/50 000e, Bureau de Recherches Géologiques et Minières, 526.

Reucher R., Leisen H., Plehwe-Leisen E.V., et Kleinschrodt R. (2007) – The building stones of the Khmer-temple at Angkor/Cambodia: A petrological and geochemical approach towards a conservation oriented characterisation of the inventory. Goldschmidt Conference Abstracts.

Rickwood P.C. (1989) – Boundary lines within petrologic diagrams which use oxides of major and minor elements. *Lithos*, 22, 247-263.

Ries A.C. (1979) – Variscan metamorphism and K-Ar dates in the Variscan fold belt of S Brittany and NW Spain. *Journal of Geological Society, London*, 136, 89-103.

Rives V., et Garcia-Talegon J. (2006) – Decay and conservation of building stones on cultural heritage monuments. *Materials Science Forum*, 514-516, 1689-1694.

Robertson E. C. (1982) – Physical properties of building stone. In *Conservation of Historic Stone Buildings and Monuments: Report of the Committee on Conservation of Historic Stone Buildings and Monuments*, National Materials Advisory Board, Commission on Engineering and Technical Systems, National Research Council, Washington, DC: National Academy Press, 62–86.

Rocher M., Chevalier F., Petit C., et Guiraud M. (2003) – Tectonics of the Northern Bresse region (France) during the Alpine cycle. *Geodinamica Acta*, 16, 2, 131-147.

Rollinson H. (1993) – Using geochemical data: evaluation, presentation, interpretation. Prentice Hall, Longman Scientific & Technical, 352p.

Roubault M., Fabries J., Touret J., et Weisbrod A. (1982) – Détermination des minéraux des roches au microscope polarisant” Edition Lamarre-Poinat, Paris, 382p.

Rozenbaum O., Barbanson L., Muller F., et Bruand A. (2008) – Significance of a combined approach for replacement stones in the heritage buildings’conservation frame. *Comptes Rendus de Géoscience*, 340, 345-355.

Rudnick R.L., et Gao S. (2003) – The Composition of the Continental Crust. In: Rudnick R.L. (Ed), *The Crust*, 3, pp. 1-64 of *Treatise on Geochemistry*, (eds. Holland H.D. and Turekian K.K.), Elsevier-Pergamon, Oxford, UK, 683 p.

Rushton A.W.A., Brück P.M., Molyneux S.G., Williams M., et Woodcock N.H. (2011) – A Revised Correlation of the Cambrian Rocks in the British Isles. *Geological Society Special Report*, 25.

Ruget C., Thiery J., Rocha R.B., Delance J.H., Laurin B., Mousterde R., et Tintant H. (1988) – Stratigraphie du Dogger et crise lusitanienne dans la Serra de Candeeiros. *Ciencias da Terra*, 9, 55-62.

Sanchez Delgado N., Rodriguez-Rey A., Suarez del Rio L.M., Diez Sarria I., Calleja L., et Ruiz de Argandoña V.G. (2005) – The influence of rock microhardness on the sawability of Pink Porrino granite (Spain), *International Journal of Rocks Mechanics and Mining Sciences*, 42, 161-166.

Schneider S., Fürsich F.T., et Werner W. (2009) – Sr-isotope stratigraphy of the Upper Jurassic of central Portugal (Lusitanian Basin) based on oyster shells. *International Journal of Earth Sciences (Geol Rundsch)*, 98, 1949-1970.

Shaw P.J. (2003) – *Multivariate Statistics for the Environmental Sciences*: Oxford University Press Inc., New York.

Shlen J. (2009) – A tutorial on Principal Component Analysis.

(<http://www.sn1.salk.edu/~shlens/pca.pdf>)

Siedel H. (2010) – Alveolar weathering of Cretaceous building sandstones on monuments in Saxony, Germany. Published in: PŘIKRYL, R. & TÖRÖK, A. (eds) *Natural Stone Resources for Historical Monuments*. Geological Society, London, Special Publications, 333, 11-23.

Siegesmund S., Kracke T., Ruedrich J., et Schwarzburg R. (2010) – Jewish cemetery in Hamburg Altona (German): State of marble deterioration and provenance. *Engineering Geology*, 115, 200-208.

Stastna A., Prikryl R., et Jehlicka J. (2009) – Methodology of analytical study for provenance determination of calcitic-dolomitic and impure marbles from historical quarries in the Czech Republic. *Journal of Cultural Heritage*, 10, 82-93.

Stastna A., Prikryl R., et Cernikova A. (2011) – Comparison of quantitative petrographic, stable isotope and cathodoluminescence data for fingerprint Czech marbles. *Environmental Earth Sciences*, 63, 1651-1663.

Streckeisen A. L. (1974) – Classification and nomenclature of plutonic rocks. *Geologische Rundschau*, 63, 773-786.

Svahn H. (2006) – *Non-Destructive Field Tests in Stone Conservation: Field and Laboratory Tests: Final Report for the Research and Development Project*. Rapport från Riksantikvarieämbetet 2006:4. Stockholm: Riksantikvarieämbetet.

<http://www.raa.se/publicerat/9172094354.pdf>.

Szczepaniak M., Nawrocka D., et Mrozek-Wysocka M. (2008) – Applied geology in analytical characterization of stone materials from historical building. *Applied Physics A, Materials Science & Processing*, 90, 89-95.

Thiébaud J., et Escande H. (1953) – Observations sur le massif du Sidobre. *Bulletin de la Société d'Histoire Naturelle de Toulouse*, 88, 1 et 2, 8-30.

Thomachot-Schneider C., Gommeaux M., Fronteau G., Oguchi C.T., Eyssautier S., et Kartheuser B. (2011) – A comparison of the properties and salt weathering susceptibility of natural and reconstituted of the Orval Abbey (Belgium). *Environment Earth Sciences*, 63, 1447-1461.

Török A., et Prikryl R. (2010) – Current methods and future trends in testing, durability analyses and provenance studies of natural stones used in historical monuments. *Engineering Geology*, 115, 139-142.

Torraca G. (2009) – Lectures on Materials Science for Architectural Conservation. Los Angeles: Getty Conservation Institute.

http://www.getty.edu/conservation/publications/pdf_publications/torraca.pdf.

Triscari M., Sabatino G., Barone G., et Ferlito C. (2006) – Volcanic rocks in medieval building materials from north-eastern Sicily and southern Calabria. *Journal of Cultural Heritage*, 7, 139-142.

Valdeon L., de Freitas M.H., et King M.S. (1996) – Assessment of the quality of building stones using signal processing procedures. *Quarterly Journal of Engineering Geology*, 29, 299-308.

Veizer J., Ala D., Azmy K., Bruckschen P., Buhl D., Bruhn F., Carden G.A.F., Diener A., Ebner S., Godderis Y., Jasper T., Korte C., Pawellek F., Podlaha O.G., et Strauss H. (1999) – $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$, $\delta^{13}\text{C}$ and $\delta^{18}\text{O}$ evolution of Phanerozoic seawater. *Chemical Geology*, 161, 59-88.

Vialette Y. (1965) – Granitisation hercynienne dans le Massif Central français. *Sciences de la Terre*, X, 3-4, 369-382.

Vidal P. (1976) – L'évolution polyorogénique du massif armoricain : apport de la géochronologie et de la géochimie isotopique du Sr. Thèse, Rennes, 142p.

Vidal P. (1980) – L'évolution polyorogénique du massif armoricain : apport de la géochronologie et de la géochimie isotopique du Sr. *Mémoire de la Société Géologique et Minéralogique de Bretagne*, 21, 126.

Villaseca C., Bellido F., Pérez-Soba C., et Billström K. (2009) – Multiple crustal sources for post-tectonic I-type granites in the Hercynian Iberian Belt. *Mineralogy and Petrology*, 96, 197-211.

Wadsworth W.B., et Baird A.K. (1989) – Modal analysis of granitic rocks by X-ray diffraction. *Canadian Mineralogist*, 27, 323-341.

Ward J.H. (1963) – Hierarchical grouping to optimize an objective function: *Journal of the American Statistical Association*, 58, 238-244.

Whitten E.H.T. (1961) – Quantitative Areal Modal Analysis of Granitic Complexes. *Geological Society of America Bulletin*, 72, 1331-1360.

Williams Thorpe O., et Thorpe R.S. (1993) – Magnetic susceptibility used in non-destructive provenancing of Roman granite columns. *Archaeometry*, 35, 185-195.

Xu X., Dong C., Li W., et Zhou, X. (1999)b – Late Mesozoic intrusive complexes in the coastal area of Fujian, SE China: the significance of the gabbro-diorite-granite association. *Lithos*, 46, 299-315.

Zou H. (1995) – A mafic-ultramafic rock belt in the Fujian coastal area, southeastern China: a geochemical study. *Journal of Southeastern Asian Earth Sciences*, 12, 121-127.

Annexes

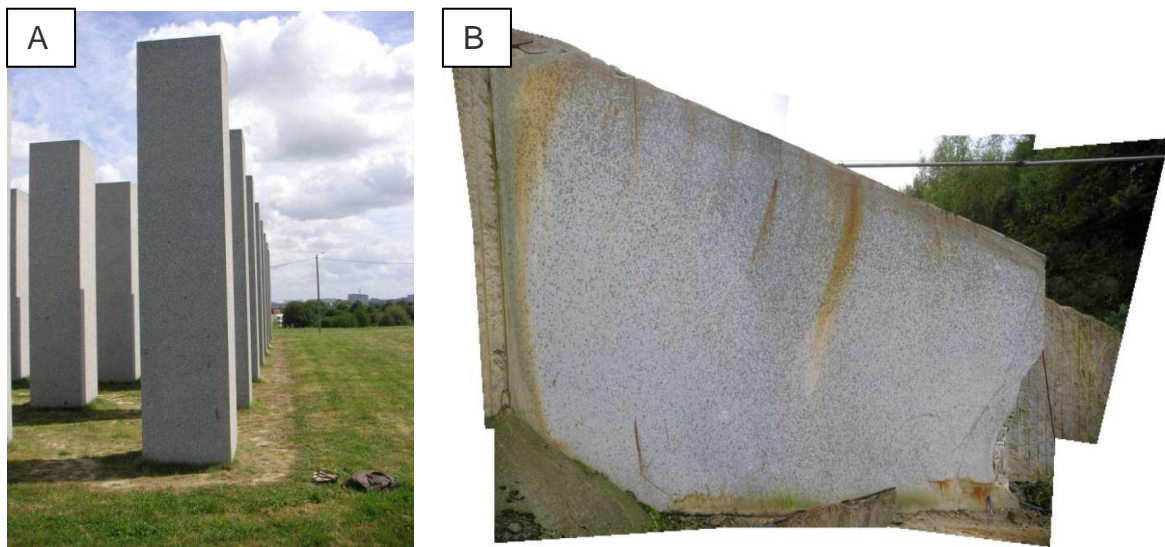
Les Annexes AI, AII, AIII et AIV présentent la démarche suivie pour chaque analyse et technique utilisée, tous les tableaux de résultats, et les discussions sur les incertitudes à associer à chaque variables et la variabilité à l'échelle de l'échantillon. Ces discussions sont aussi présentées dans l'article concernant les granits de Louvigné et de Lanhélin (Chapitre 3, Partie 2, Paragraphe 5.1.).

Annexes AI :
Densité d'enclaves
et Analyse modale

1. La densité des enclaves

Nous pouvons distinguer dans les granodiorites intrusives de Louvigné et de Lanhélin trois principaux types d'enclaves par leur nature et par leur forme (microgrenues, surmicacées et xénolites). Donc, nous pouvons nous demander si la quantité relative d'enclaves de différentes origines (xénolites, restites...) qui sont communes dans les roches granitiques est un paramètre quantifiable possible qui peut être utilisés pour discriminer deux pierres de construction. La densité d'enclaves est définie ici comme étant le nombre d'enclaves par unité de surface.

La première étape de ce comptage est la comparaison entre un témoin de produits issus de carrière « Alignements du XXI^e siècle » et sa carrière d'origine (Générale du Granit à Louvigné ; Annexe AI-1). Cet édifice architectural a été construit à partir de blocs de granits. C'est une sculpture conçue par Aurélie Nemours en 2005 dans le quartier Beauregard à Rennes. Elle est composée de 72 colonnes hautes de 4,50 m et larges de 90 cm, réparties à intervalles réguliers sur un plan rectangulaire (8 colonnes espacées de 270 cm en largeur et 9 colonnes espacées de 180 cm en longueur). La comparaison entre la densité d'enclaves de ces « Alignements » et celle de la carrière d'origine des produits permet d'estimer la validité de ce critère.



Annexe AI-1 : (A) Colonnes des « Alignements du XXI^e siècle » et (B) exemple de surface lisse sur le front de taille de la carrière Générale du Granit à Louvigné.

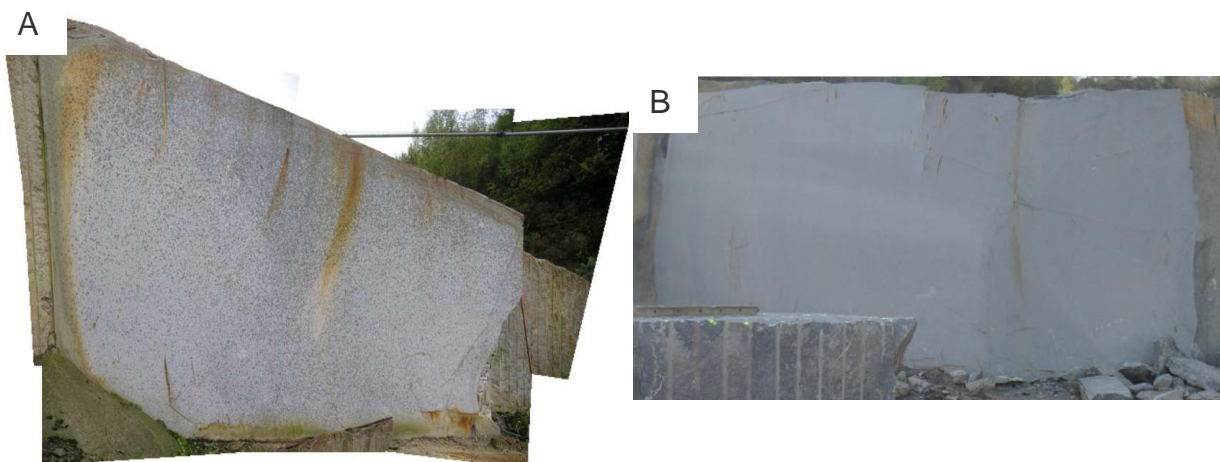
Le comptage a été effectué sur chaque face des 72 colonnes de granits des « Alignements » et sur les fronts de taille de la carrière. Les enclaves de moins de deux cm ne sont pas

comptabilisées (plus visibles et éviter des erreurs dans la nature des enclaves). Sur les fronts de tailles, le comptage a été effectué sur des surfaces relativement lisses laissées par les fils diamantés utilisés pour couper les blocs dans la plupart des exploitations. Des photographies de la surface mesurée sur le terrain ont également été utilisées. Les écarts types sur les mesures sont utilisés pour évaluer les incertitudes sur les densités d'enclaves (calculs et estimation de 10% d'erreur sur les comptages).

4564 enclaves ont été comptabilisées sur une surface totale de 1166 m² donnant une densité de $3,91 \pm 0,4$ enclaves/m² pour les « Alignements » et 1029 enclaves ont été comptées sur une surface de 291,51 m² dans la carrière d'origine, obtenant ainsi une densité de $3,53$ enclaves $\pm 0,4$ enclaves/m².

Donc, compte tenu de ces résultats et des incertitudes, la densité des enclaves est similaire entre un témoin de produits issus de carrière et sa carrière d'origine. Donc, quantifier les enclaves supérieures à 2 cm semble être un paramètre utile de comparaison et de caractérisation des pierres de construction.

La deuxième étape de ce travail consiste à comparer la densité des enclaves entre les deux intrusions du batholite mancellien : Louvigné et Lanhélin (Annexe AI-2). Le comptage des enclaves a été effectué sur les surfaces lisses des fronts de taille des carrières de la Générale du Granit (Louvigné) et de Hignard Granit (Lanhélin). Pour Louvigné, huit surfaces représentant une surface cumulée de 292 m² environ ont été utilisées. Trois surfaces pour un total de 139 m² environ ont été observées pour Lanhélin. Les résultats finaux sont présentés dans le *Chapitre 1* et les détails des calculs dans l'Annexe AI-3.



Annexe AI-2 : (A) exemple de surface lisse sur le front de taille de la carrière Générale du Granit à Louvigné et (B) exemple de surface lisse sur le front de taille de la carrière Hignard Granit à Lanhélin.

Annexes AI : Densité d'enclaves et analyse modale

Alignements du XXle siècle	$d=3,91 \pm 0,39$
----------------------------	-------------------

Orientation	Nombre de Faces	Hauteur face (m)	Largeur face(m)	Superficie (m ²)	Incertitudes sur les mesures de surface	Enclaves comptées	Incertitudes sur le comptage d'enclaves par surface (10%)
Nord	72	4,5	0,9	291,6	0,077	1191	119,1
Sud	72	4,5	0,9	291,6	0,077	1103	110,3
Est	72	4,5	0,9	291,6	0,077	1073	107,3
Ouest	72	4,5	0,9	291,6	0,077	1197	119,7
Total				1166,4	0,308	4564	456,4

Intrusion LOUVIGNE Carrière Générale du Granit	$d=3,53 \pm 0,35$
--	-------------------

Mur	Hauteur (m)	Largeur (m)	Superficie (m ²)	Incertitudes sur les mesures de surface	Enclaves comptées	Incertitudes sur le comptage d'enclaves par surface (10%)
1	8,04	7,10	57,08	0,015	184	18
2	7,13	3,38	42,92	0,018	120	12
2Bis	7,91	3,23	25,55	0,011	89	9
3	6,5	7,00	45,50	0,013	175	17
4	6	9,30	55,80	0,015	125	12
5	3,5	3,30	11,55	0,007	107	10
6	4,13	1,33	5,50	0,005	30	3
7	7,37	6,46	47,61	0,013	199	20
Total			291,51	0,097	1029	101

Intrusion LANHELIN Carrière Hignard Granit	$d=0,92 \pm 0,09$
--	-------------------

Mur	Hauteur (m)	Largeur (m)	Superficie (m ²)	Incertitudes sur les mesures de surface	Enclaves comptées	Incertitudes sur le comptage d'enclaves par surface (10%)
1	3,7	7,04	26,048	0,011	30	3
2	9,86	5,74	56,59	0,015	52	5,2
3	9,86	5,74	56,59	0,015	46	4,6
Total			139,228	0,041	128	12,8

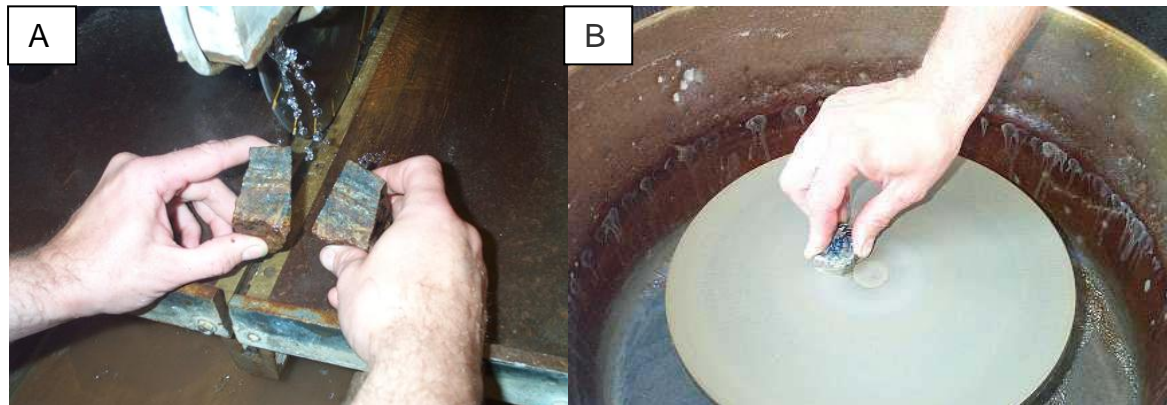
Annexe AI-3.

2. L'analyse modale

2.1. La préparation des lames minces

Cette préparation a été réalisée au sein de l'atelier Géomatériaux de Géosciences Rennes. Le protocole de la préparation des lames minces est le suivant¹ :

- Phase de sciage : Cette opération est réalisée à l'aide d'une scie circulaire diamantée et dentée sous courant d'eau continue (Annexe AI-4A). La dureté de la scie permet de découper un échantillon de roche dure ou meuble afin d'en extraire ce que l'on nomme un "sucre" (parallélépipède rectangle de dimensions ~ 30x45x10).
- Phase de rodage des sucres : Le sucre est ensuite rodé manuellement ou mécaniquement sur un lapidaire en fonte (planéité contrôlée) pourvu d'un mouvement circulaire (Annexe AI-4B). Des émeris de granulométries décroissantes allant du 30 au 10µ sont alternativement déposés dessus afin obtenir une surface parfaitement plane. Cette opération peut être répétée sur plaque de verre en utilisant des émeris plus fins nécessaires pour la réalisation de préparations spécifiques telles que les lames polies par exemple.

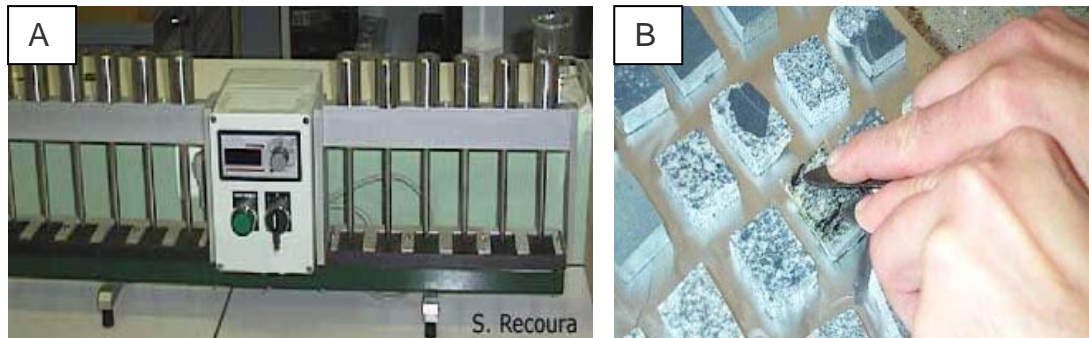


Annexe AI-4 : (A) Scie diamantée mécanique équipée d'un disque d'acier sur lequel est brasé en périphérie un liant tendre laiton/bronze contenant une concentration de diamant synthétique et (B) Rodage des sucres sur un lapidaire en fonte.

- Phase de collage des lames : Le sucre est déposé sur plaque chauffante pour séchage et dégazage (Annexe AI-5). Une à deux heures plus tard, le support de verre est collé sur le sucre par une colle époxy. L'opération s'effectue soit manuellement, soit automatiquement sous presse à coller. Cette manipulation s'exécute sous hotte aspirante afin d'éviter l'inhalation des gaz dus à la polymérisation de la colle. La polymérisation de la colle prend aux environs d'une heure à chaud toutefois, il est

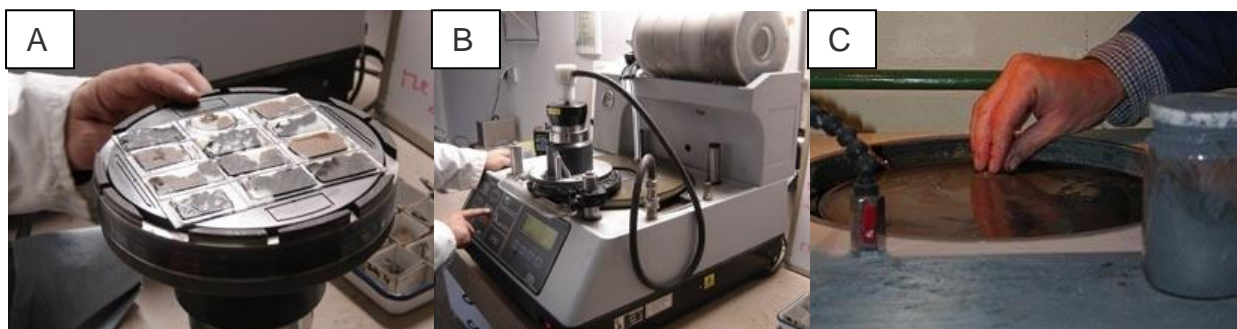
¹ www.lithos.univ-rennes1.fr

aussi possible de procéder à des collages d'échantillons à froid sachant que dans ce cas, la polymérisation de la colle prendra entre 12 et 24H.



Annexe AI-5 : (A) Presse chauffante de collage (B) Collage des lames de verre manuellement sur platine chauffante.

- Phase de sciage de la préparation : A l'aide d'une scie diamantée de plus petite taille dont la lame est à jante continue et sous débit d'eau constant, nous coupons le sucre dont l'épaisseur de départ est sensiblement d'1 cm pour l'amener à environ 1 mm de façon à réduire le temps de rodage de façon notable.
- Phase de mise à épaisseur de la lame mince : L'objectif de cette étape est d'amener la lame mince à 30 μ m. Elle est réalisée par le technicien à l'aide des différents appareils utilisés aux laboratoires (rodeuses automatiques) ou manuellement sur lapidaire (Annexe AI-6) puis contrôle d'épaisseur au microscope polarisant.



Annexe AI-6 : (A) Disposition des lames minces sur le porte-lame, (B) Rodage automatique et (C) Rodage manuel.

- Phase de nettoyage des lames minces : Nettoyage avant couverture à la brosse tendre ou dans une cuve à ultra-sons de la lame, pour éliminer l'émeri restant et dégraissage à l'éthanol ou à l'essence dénaturée (essence H) du support de verre préalablement rodé afin qu'aucune impureté ne vienne perturber le collage qui suivra.
- Phase de couverture des lames minces et finition : La lame mince, pour être correctement étudiée, doit être recouverte d'une lamelle de verre dite " lame couvre-

objet". Cette opération se réalise en utilisant du baume du Canada. Elle sera ensuite nettoyée au xylène ou à l'alcool avant d'être référencée et utilisée pour notre recherche.

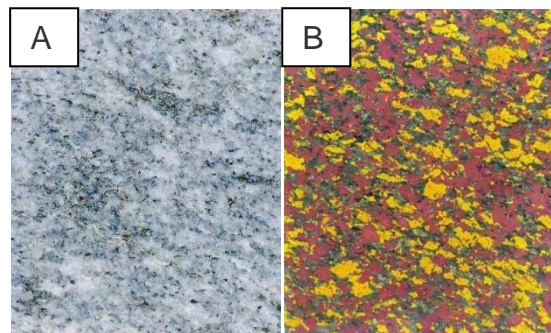
2.2. Le comptage de points

L'analyse modale est la détermination la plus exacte possible de la composition minéralogique quantitative. Elle conduit à attribuer à chaque minéral un certain pourcentage (en volume) de la roche. L'analyse modale a été obtenue par comptage de points suivant une procédure standard (Chayes, 1954; Whitten, 1961; Link and Koch, 1962 et Exley, 1963) sur des lames minces ($30 \times 45 \text{ mm}^2$). C'est une méthode commune pour déterminer le mode (pourcentage volumique de chaque minéral) dans laquelle l'identité du minéral dans une série de points également espacés sur une grille est déterminée et comptabilisée (Chayes, 1956 ; Neilson et Brockman, 1977). L'estimation de la composition minéralogique se faisait par le biais du compteur de points (Chayes, 1956). Il s'agit d'un appareil qui s'adapte sur un microscope. Des micro-déplacements sont effectués sur une lame mince définissant ainsi une grille. A chaque point de la grille, on identifie le minéral ; puis, on compte ainsi le nombre de fois où on a rencontré chaque minéral. Le comptage s'effectue sous le microscope au moyen d'un dispositif mécanique qui déplace la lame mince dans les deux dimensions du plan horizontal. Le dispositif est relié à un compteur, qui affiche le nombre de points comptabilisés par chacun des boutons ainsi que le nombre total de points recensés. Chaque bouton correspond à un composant pétrographique assigné par l'opérateur. Ce dernier identifie ce qu'il observe à la croisée des réticules et le comptabilise en appuyant sur le bouton correspondant. Chaque fois qu'un bouton est pressé, il entraîne le déplacement du chariot (selon X) à une distance choisie préalablement en fonction de la taille des éléments. Lorsqu'une ligne est terminée, le déplacement selon Y s'effectue manuellement en essayant de respecter la même distance choisie sur X. Pour chaque minéral i , trouvé à chaque point x_i sur un total de N points comptés, le pourcentage (mode ; en vol%) de ce minéral est égal à $p = \frac{100x_i}{N}$. Le compteur de points donne le nombre de points comptés au total, le nombre de points comptés et le pourcentage en vol% par phases minérales. L'opérateur peut choisir la distance entre les points successifs (le pas) sur la grille de distance (ou de comptage) en fonction de la taille des grains de la roche (Neilson et Brockman, 1977). La grille de comptage doit rester constante durant tout le comptage. Les distances longitudinales et transversales entre les points successifs doivent être du même pas. Neilson et Brockman (1977) recommandent de compter au moins 1000 points et Exley (1963) recommande un

minimum de 1200 points. Un comptage est jugé représentatif si on a compté au minimum 1000 points au total (Roubault et al., 1982). Le nombre total de points à utiliser habituellement oscille entre 3000 et 4000 points (le nombre étant liés à la taille des grains ; Exley, 1963). Pour les granits à grains fins (Lv, Lh, T, QE, A, B, 654, SP1, 603, LOUV, LGOTBE, PLT, LALS), 4000 points ont été comptés sur chacune des lames minces ; pour les granits à gros grains (Lc, POR, SAG4 et P1), 2000 points ont été comptabilisés sur des grandes lames minces (deux fois plus grandes que les lames minces classiques). Quand cela était possible, un double comptage par deux opérateurs différents a été effectué sur les lames minces. Les produits d'altération des minéraux principaux (damourite, chlorite) sont compris dans les résultats de comptage de leurs minéraux principaux (feldspath plagioclase et biotite, respectivement). A noter que la composition des feldspaths plagioclases a été déterminée optiquement (Roubault et al., 1982).

2.3. La coloration artificielle des feldspaths

Les modes de 3 échantillons de Lv (LGOT1.2) et de Lh (LALS1.1 et LALS3.1.2) ont aussi été déterminés à partir de lames minces colorées artificiellement par l'application de techniques classiques de coloration sélective des feldspaths. La vapeur de l'acide fluorhydrique et les solutions de chlorure de Baryum, l'amarante et le cobaltinitrite de sodium, ont été utilisés pour colorer le plagioclase en rose-rouge et le feldspath potassique en jaune (Annexe AI-7 ; Gabriel et Cox, 1929; Bailey et Stevens, 1960 ; Laniz et al., 1964; Laduron, 1966). Les modes calculés d'après les lames minces colorées sont identiques à ceux correspondant aux lames minces non colorés (Annexe AI-8). Par conséquent, et aussi parce qu'il n'y a pas de difficulté particulière pour distinguer le feldspath alcalin du plagioclase dans ces roches, la coloration a confirmé les résultats obtenus par le compteur de points sur lames non colorées mais a été inutile pour obtenir une détermination des modes plus précises.



Annexe AI-7 : Exemple de comparaison entre une lame mince non colorée (A) et une lame mince colorée (B) d'une granodiorite. Les feldspaths plagioclase sont colorés en rouge et les feldspaths alcalins en jaune (<http://www.marin.edu/~jim/geolprojects/>).

	Louvigné		Lanhélin		Lanhélin	
	LGOT1.2		LALS1.1		LALS3.1.2	
	Non colorée	Colorée	Non colorée	Colorée	Non colorée	Coloré
vol%	n=2	n=1	n=2	n=1	n=2	n=1
Quartz	28,6	28,5	31,2	31,8	31,0	31,6
Felds. Alc.	18,1	18,7	13,6	13,5	13,2	12,4
Plagioclase	38,2	39,6	42,2	42,7	42,6	43,4
Biotite	12,6	12,8	10,9	11,7	12,0	12,1
Autres	2,5	0,4	2,1	0,3	1,2	0,5
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Annexe AI-8 : Résultats du comptage de points sur lames non colorés et lames colorées. n correspond au nombre de comptage effectué.

2.4. La variabilité et l'incertitude du mode

Toute cette partie fait référence à la partie 5.1 de l'article du Chapitre 3. Une incertitude analytique se rapportant à la procédure de mesure, dans notre cas à la procédure de comptage de points, et à l'appareillage (le compteur de points), est associée à une variable quantitative de mode (e.g. vol.% quartz, vol.% feldspath alcalin). Indépendamment, certaines valeurs de variables varient considérablement au sein d'un échantillon. La confiance à assigner à une variable quantitative représentative d'un échantillon entier doit prendre en compte à la fois l'incertitude de mesure et la variation intrinsèque au sein de l'échantillon. Ces deux incertitudes sont présentées dans l'Annexe AI-9 pour les variables modales. Les écart-types observés et obtenus à partir des analyses répétées de la même lame mince ont été utilisées pour évaluer les incertitudes absolues analytiques sur les mesures de modes (Annexes AI-11 à AI-15). La plus grande erreur relative calculée à partir des écarts-types pour chaque minéral est reportée dans l'Annexe AI-9 : jusqu'à 9% de variations relatives ont été observées sur les principales phases. Les résultats des modes obtenus à partir des 10 lames minces en série à partir de l'échantillon LRBN1.1.T ont été utilisés comme une indication de la variabilité intrinsèque des modes à l'échelle de l'échantillon. Les écarts types observés sont indiqués dans l'Annexe AI-13 et les valeurs relatives correspondantes sont présentées dans l'Annexe AI-9. Ces deux incertitudes sont ensuite appliquées à toutes les valeurs de tous les échantillons.

Incertitudes sur les modes		
Variables	Incertitude Analytique	Variation intrinsèque
Quartz	6,5	4,9
Feldspath Alcalin	4,7	8,8
Feldspath Plagioclase	7,7	4,1
Biotite	7,8	6,4
Accessoires	61,5	25,0

Annexe AI-9 : Incertitudes relatives associées aux variables modales quantitatives.

Les tableaux des analyses modales sont présentés dans les Annexes AI-10 à AI-16.

Annexe AI : Densité d'enclaves et analyse modale

Granit gris SilverStar du Tarn

Analyses modales par échantillons et par 1 opérateur (1)

Carrières	Plo Granit									
Echantillons	PLO1.1	PLO1.2	PLO1.3	PLO1.4	PLO2.1	PLO2.2	PLO2.3	PLO3.1	PLO3.2	PLO3.3
vol%	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
Quartz	24,1	36,5	35,2	32,0	33,2	24,3	33,8	28,8	27,3	26,2
Felds. Alc.	19,4	18,5	20,1	18,8	18,2	20,1	18,9	15,5	17,2	18,1
Plagioclase	42,9	34,1	34,8	37,4	36,9	43,3	36,4	46,7	42,3	44,1
Biotite	10,9	9,0	7,4	9,5	9,6	10,3	8,9	7,2	11,1	9,1
Autres	2,8	1,9	2,5	2,3	2,1	2,0	2,0	1,8	2,3	2,5
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Annexe AI-10.

Granit rose de La Clarté

Analyses modales par échantillons et par 2 opérateurs (1 et 2)

Carrières	Hignard Granit				Générale du Granit				Société Armoricaïne des Granits 1				Société Armoricaïne des Granits 4			
Echantillons	LCH 2.1		LCH2.2		BGP1.1		BGP 1.2		SAG 1.1.1		SAG 1.1.2		SAG 4.1.1		SAG 4.2.1	
vol%	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
Quartz	31,9	31,2	35,6	34,7	36,2	37,2	36,2	36,2	33,6	29,5	31,3	31,3	34,2	35,6	31,9	34,3
Felds. Alc.	37,8	37,2	42,7	40,7	42,6	39,6	40,1	41,4	40,1	38,1	43,5	44,1	41,6	37,9	43,5	42,9
Plagioclase	18,2	18,9	16,1	18,2	15,0	16,2	17,8	16,9	20,0	23,4	19,9	19,1	17,6	20,1	17,7	18,4
Biotite	5,6	5,6	4,2	4,8	4,8	5,1	3,9	3,3	5,5	3,9	3,1	4,1	4,9	3,5	5,2	2,7
Autres	2,2	2,9	0,5	0,6	0,6	0,8	0,8	0,8	0,6	1,9	0,2	0,4	0,6	1,1	0,7	0,7
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Analyses modales moyennes par échantillons

Carrières	Hignard Granit				Générale du Granit				Société Armoricaïne des Granits 1				Société Armoricaïne des Granits 4			
Echantillons	LCH 2.1		LCH2.2		BGP1.1		BGP 1.2		SAG 1.1.1		SAG 1.1.2		SAG 4.1.1		SAG 4.2.1	
vol%	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ
Quartz	31,5	0,3	35,1	0,5	36,2	0,0	36,7	0,5	31,5	2,0	31,3	0,0	34,9	0,7	33,1	1,2
Felds. Alc.	37,5	0,3	41,7	1,0	40,7	0,7	41,1	1,5	39,1	1,0	43,8	0,3	39,7	1,9	43,2	0,3
Plagioclase	18,6	0,3	17,1	1,1	17,4	0,4	15,6	0,6	21,7	1,7	19,5	0,4	18,9	1,2	18,1	0,4
Biotite	5,6	0,0	4,5	0,3	3,6	0,3	4,9	0,1	4,7	0,8	3,6	0,5	4,2	0,7	4,0	1,2
Autres	2,5	0,4	0,5	0,1	0,8	0,0	0,7	0,1	1,2	0,6	0,3	0,1	0,9	0,3	0,7	0,0
Total	100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0	

Annexe AI-11.

Annexe AI : Densité d'enclaves et analyse modale

Granit gris de Louvigné

Analyses modales par échantillons et par 2 opérateurs (1 et 2)

vol%	Générale du Granit					Rault Granit								Graniouest							
	LG1.1		LG2.1		LG4.1.	LR1.1		LR1.2	LR2.2		LR4.1		LGOT1.1		LGOT1.1.C	LGOT1.1.Bis	LGOT1.2		LGOT1.2.C	LGOT1.3H	LGOT1.3B
	1	2	1	2	1	1	2	1	1	2	1	2	1	2	1	1	1	2	1	1	1
Quartz	29,4	30,2	28,6	28,8	29,5	26,9	28,0	26,9	33,2	32,8	26,4	26,4	33,5	34,3	34,5	25,8	28,4	28,9	29,7	28,5	26,4
Felds. Alc.	21,6	20,6	21,6	23,7	20,6	12,8	12,7	18,8	16,0	17,0	19,5	19,4	13,3	15,9	16,3	20,6	18,3	17,9	18,0	16,8	18,6
Plagioclase	33,2	32,7	32,1	33,0	31,9	37,1	37,1	36,9	31,4	32,1	36,8	39,6	37,5	35,7	35,3	34,3	37,8	38,6	38,4	35,4	38,2
Biotite	13,4	14,5	14,0	12,2	16,0	20,0	19,5	14,3	14,1	13,8	13,7	13,7	13,7	13,3	13,1	18,1	12,4	12,7	12,6	15,9	13,6
Autres	2,4	2,0	3,6	2,1	2,0	3,2	2,8	3,1	5,3	4,2	3,8	1,0	2,0	0,6	0,8	1,2	3,1	1,9	1,3	3,4	3,2
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

vol%	Rébellion Granit			Rocher Baron		
	LRB1.1		LRB1.2	LRBN1.1.T	LRBN1.2	
	1	2	1	20	1	2
Quartz	34,0	33,9	32,7	32,3	25,3	23,0
Felds. Alc.	11,1	11,4	13,5	14,7	17,1	19,1
Plagioclase	39,2	39,3	37,8	36,9	38,7	39,2
Biotite	10,7	12,5	12,6	15,7	16,5	15,1
Autres	5,1	2,9	3,4	0,4	2,2	3,4
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Analyses modales moyennes par échantillons

Carrières	Générale du Granit					Rault Granit							
	LG		LG		LG	LR		LR	LR		LR		LR
	Echantillons	1.1	2.1	4.1	1	1.1	1.2	2.2	4.1	1	1.1	1.2	4.1
vol%	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	n=1	Moyenne n=2	σ	n=1	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	n=1
Quartz	29,8	0,4	28,7	0,1	29,5	27,5	0,6	26,9	33,0	0,2	26,4	0,1	26,4
Felds. Alc.	21,1	0,5	22,7	1,1	20,6	12,7	0,1	18,8	16,5	0,5	19,4	0,1	19,4
Plagioclase	33,0	0,2	32,6	0,4	31,9	37,1	0,1	36,9	31,8	0,4	38,1	1,4	38,1
Biotite	13,9	0,5	13,1	0,9	16,0	19,7	0,2	14,3	14,0	0,1	13,7	0,1	13,7
Autres	2,2	0,2	2,9	0,8	2,0	3,0	0,2	3,1	4,7	0,6	2,4	1,4	2,4
Total	100,0		100,0		100,0	100,0		100,0	100,0		100,0		100,0

Carrières	Graniouest											Rébellion Granit			Rocher Baron				
Echantillons	LGOT 1.1		LGOT 1.1.C	LGOT 1.1.Bis	LGOT 1.2				LGOT 1.2.C	LGOT 1.3H	LGOT 1.3B	LRB 1.1		LRB 1.2	LRBN 1.1T		LRBN 1.2		
	Moyenne n=2	σ	n=1	n=1	Moyenne n=2	σ	Coloration n=1	Moyenne n=3	σ	n=1	n=1	n=1	Moyenne n=2	σ	n=1	Moyenne n=20	σ	Moyenne n=2	σ
vol%																			
Quartz	33,9	0,4	34,5	25,8	28,6	0,2	28,5	28,7	0,2	29,7	28,5	26,4	33,9	0,1	32,7	32,1	1,4	24,1	1,2
Felds. Alc.	14,6	1,3	16,3	20,6	18,1	0,2	18,7	18,4	0,3	18,0	16,8	18,6	11,2	0,1	13,5	14,7	1,3	18,1	1,0
Plagioclase	36,6	0,9	35,3	34,3	38,2	0,4	39,6	38,8	0,6	38,4	35,4	38,2	39,3	0,1	37,8	37,0	1,7	39,1	0,3
Biotite	13,6	0,2	13,1	18,1	12,6	0,2	12,8	12,3	0,2	12,6	15,9	13,6	11,6	0,9	12,6	15,7	1,1	15,8	0,7
Autres	1,3	0,7	0,8	1,2	2,5	0,6	0,4	1,8	0,9	1,3	3,4	3,2	4,0	1,1	3,4	0,4	0,1	2,9	0,6
Total	100,0		100,0	100,0	100,0		100,0	100,0		100,0	100,0	100,0	100,0		100,0	100,0		100,0	

Annexe AI-12.

Annexe AI : Densité d'enclaves et analyse modale

10 lames minces en série - échantillon LRBN1.1.T - Analyses modales par opérateurs (1 et 2)

vol%	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2
Quartz	31,6	32,2	32,4	32,0	35,7	34,0	33,2	33,6	32,1	33,3	32,8	33,9	31,0	31,5	28,3	31,0	28,4	30,7	30,2	33,5
Felds. Alc.	17,2	14,4	16,8	13,2	15,6	14,0	15,1	13,0	11,5	13,1	14,5	12,1	16,4	14,3	17,2	14,7	16,8	14,4	15,8	13,8
Plagioclase	34,2	37,1	35,0	39,0	35,0	37,7	34,5	35,1	40,8	39,3	35,3	38,0	35,3	37,2	35,7	38,1	38,6	38,3	38,3	36,8
Biotite	17,0	13,9	15,5	14,9	13,2	13,8	16,8	17,8	14,6	13,9	17,1	15,6	16,9	16,6	18,3	15,7	15,4	16,0	15,4	15,5
Autres	0,3	0,5	0,3	0,5	0,3	0,5	0,4	0,4	0,4	0,4	0,4	0,3	0,4	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,5	0,4
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

10 lames minces en série - échantillon LRBN1.1.T - moyennes

vol%	1		2		3		4		5		6		7		8		9		10	
	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ	Moyenne	σ
Quartz	31,9	0,3	32,3	0,2	34,8	0,9	33,5	0,2	32,8	0,6	33,2	0,6	31,2	0,2	29,6	1,4	29,6	1,2	31,9	1,7
Felds. Alc.	15,8	1,4	15,0	1,8	14,9	0,8	14,0	1,1	12,3	0,8	13,5	1,2	15,4	1,0	15,9	1,3	15,6	1,2	14,8	1,0
Plagioclase	36,5	1,5	37,0	2,0	36,4	1,4	34,8	0,3	40,1	0,8	36,5	1,4	36,2	0,9	36,9	1,2	38,5	0,1	37,5	0,7
Biotite	15,4	1,5	15,3	0,3	13,5	0,3	17,3	0,5	14,4	0,3	16,4	0,7	16,8	0,2	17,1	1,3	15,8	0,3	15,4	0,1
Autres	0,4	0,1	0,4	0,1	0,4	0,1	0,4	0,0	0,4	0,0	0,4	0,0	0,4	0,0	0,5	0,0	0,5	0,0	0,4	0,1
Total	100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0	

Annexe AI-13.

Annexe AI : Densité d'enclaves et analyse modale

Granit gris de Lanhélin

Analyses modales par échantillons et par 2 opérateurs (1 et 2)

Carrières	Hignard Granit								La Socal				Graniouest		
Echantillons	LAH1.1		LAH1.3		LAH1.4		LAH2.1		LALS1.1		LALS3.1.2		LAGOT1.1		LAGOT1.2
vol%	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	1
Quartz	33,4	31,3	31,7	32,8	34,6	33,3	30,7	30,0	30,9	31,5	30,2	31,8	29,0	31,5	30,5
Felds. Alc.	10,8	10,8	11,2	11,8	10,0	10,9	15,1	15,7	13,4	13,8	13,4	13,1	14,2	14,4	13,8
Plagioclase	41,0	41,4	45,2	43,9	41,1	42,9	43,0	43,1	42,3	42,0	43,3	42,1	40,5	39,0	43,3
Biotite	14,0	15,2	10,9	10,8	12,4	12,1	10,0	10,3	11,0	10,9	12,6	11,3	14,3	14,0	10,7
Autres	0,9	1,3	1,0	0,7	2,0	0,9	1,1	0,9	2,4	1,8	0,6	1,7	2,1	1,1	1,7
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Analyses modales moyennes par échantillons

Carrières	Hignard Granit								La Socal									
Echantillons	LAH1.1		LAH1.3		LAH1.4		LAH2.1		LALS1.1					LALS3.1.2				
vol%	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	Moyenne n=2	σ	color. n=1	Moyenne n=3	σ	Moyenne n=2	σ	color. n=1	Moyenne n=3	σ
Quartz	32,3	1,0	32,3	0,6	33,9	0,6	30,4	0,3	31,2	0,3	31,8	31,4	0,3	31,0	0,8	31,6	31,2	0,7
Felds. Alc.	10,8	0,1	11,5	0,3	10,4	0,4	15,4	0,3	13,6	0,2	13,5	13,5	0,1	13,2	0,1	12,4	13,0	0,4
Plagioclase	41,2	0,2	44,5	0,6	42,0	0,9	43,0	0,1	42,2	0,2	42,7	42,3	0,2	42,6	0,6	43,4	42,9	0,6
Biotite	14,6	0,6	10,8	0,1	12,2	0,2	10,2	0,1	10,9	0,1	11,7	11,2	0,3	12,0	0,6	12,1	12,0	0,5
Autres	1,1	0,2	0,9	0,1	1,5	0,5	1,0	0,1	2,1	0,3	0,3	1,5	0,8	1,2	0,6	0,5	0,9	0,5
Total	100,0		100,0		100,0		100,0		100,0		100,0	100,0		100,0		100	100,0	

Carrières	Graniouest		
Echantillons	LAGOT1.1		LAGOT1.2
vol%	Moyenne n=2	σ	n=1
Quartz	30,2	1,3	30,5
Felds. Alc.	14,4	0,1	13,8
Plagioclase	39,7	0,7	43,3
Biotite	14,1	0,1	10,7
Autres	1,6	0,5	1,7
Total	100,0		100,0

Annexe AI-14.

Annexe AI : Densité d'enclaves et analyse modale

Granits analogues

Analyses modales par échantillons et par 2 opérateurs (1 et 2)

Echantillons	QE		A	B	654		SP1	Porriño	603	
%	1	2	1	1	1	2	1	1	1	2
Quartz	27,3	29,2	31,6	18,9	8,3	9,3	32,1	31,5	27,4	26,5
Felds. Alc.	19,3	21,2	16,4	13,3	3,7	2,7	1,1	35,1	23,1	23,3
Plagioclase	40,7	37,8	34,5	34,1	63,1	63,8	43,8	27,1	40,7	41,6
Biotite	10,5	12,1	17,2	18,8	14,6	13,1	22,0	5,9	8,4	8,3
Hornblende verte	0,0	0,0	0,0	14,5	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0
Pyroxène	0,0	0,0	0,0	0,0	9,9	9,1	0,0	0,0	0,0	0,0
Autres	0,9	0,4	0,3	0,4	1,5	1,7	1,0	0,5	0,3	0,3
Total	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0	100,0

Analyses modales moyennes par échantillons

Echantillons	QE		A	B	654		SP1	Porriño	603	
%	Moyenne n=2	σ	1	1	Moyenne n=2	σ	1	1	Moyenne n=2	σ
Quartz	28,3	0,9	31,6	18,9	8,8	0,5	32,1	31,5	27,0	0,4
Felds. Alc.	20,3	0,9	16,4	13,3	3,2	0,5	1,1	35,1	23,2	0,1
Plagioclase	39,3	1,5	34,5	34,1	63,5	0,3	43,8	27,1	41,2	0,4
Biotite	11,3	0,8	17,2	18,8	13,9	0,8	22,0	5,9	8,4	0,1
Hornblende verte	0,0	0,0	0,0	14,5	0,0	0,0	0,0	0,1	0,0	0,0
Pyroxène	0,0	0,0	0,0	0,0	9,5	0,4	0,0	0,0	0,0	0,0
Autres	0,7	0,3	0,3	0,4	1,6	0,1	1,0	0,5	0,3	0,0
Total	100,0		100,0	100,0	100,0		100,0	100,0	100,0	

Annexe AI-15.

Echantillons erratiques de granits

Analyses modales par échantillons et par 1 opérateur (1)

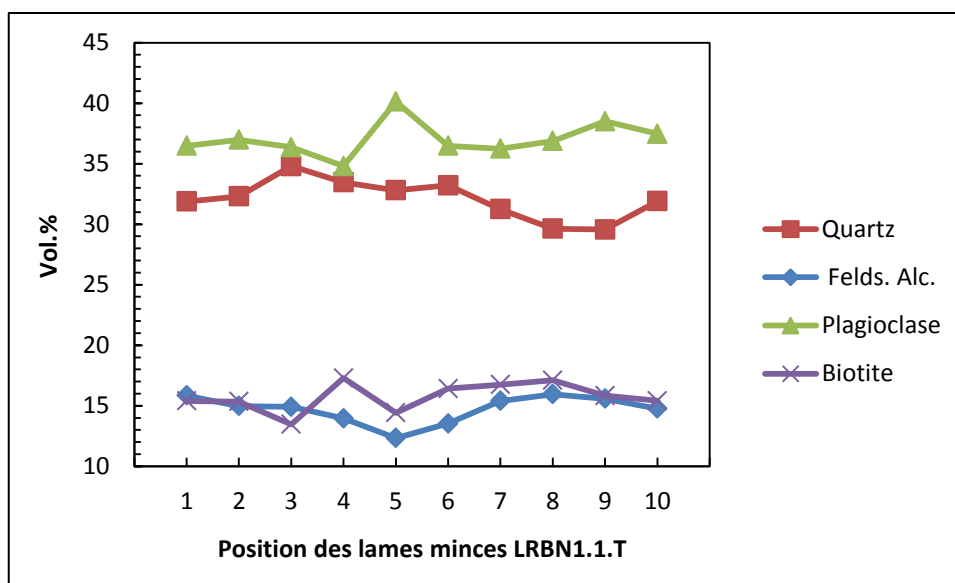
Echantillons	LOUV	LGOTBE	PLT	LALS	SAG4	P1
%	1	1	1	1	1	1
Quartz	26,89	29,74	30,52	34,92	36,50	18,91
Felds. Alcalin	15,90	21,93	11,91	16,71	37,00	41,12
Plagioclase	39,39	35,35	40,03	34,82	20,50	32,12
Biotite	17,02	12,72	17,11	13,21	5,65	7,40
Accessoires	0,80	0,26	0,42	0,33	0,35	0,45
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Ensemble des tableaux récapitulatifs des analyses modales de chaque pierre de construction de type granit étudiée. Le comptage de points a été effectué à 2000 points pour les échantillons de Lc et à 4000 points sur les autres granits. De plus, il a été effectué deux fois par deux opérateurs indépendants et différents (1 et 2 sur les tableaux). Nous avons donc pu intégrer le facteur « Opérateur » dans nos analyses modales et donc dans nos comparaisons de signatures modales entre les pierres aux faciès similaires.

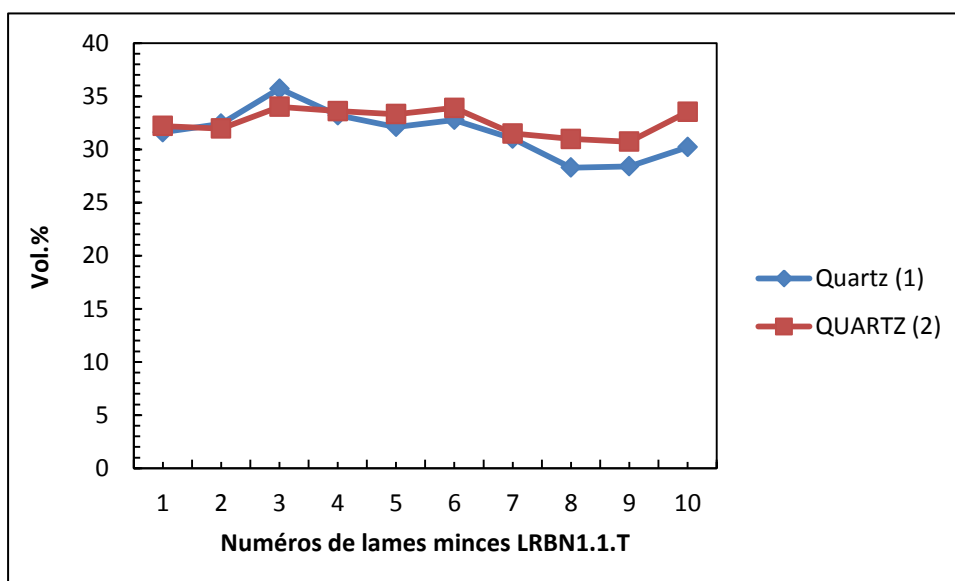
Annexe AI-16.

Annexe AI : Densité d'enclaves et analyse modale

L'Annexe AI-17 illustre la variation des pourcentages volumiques, moyennés sur deux comptages, des principales phases minérales en fonction de la position des lames minces dans l'échantillon LRBN1.1.T. Il n'y a aucune corrélation entre la position des lames minces et le pourcentage volumique des phases minérales. Les observations effectuées sur les fronts de taille des carrières de Louvigné montrent que la composition modale varie de l'échelle pluricentimétrique à l'échelle plurimétrique (cf. article chapitre 3). Cette observation est aussi démontrée par l'Annexe AI-18 illustrant des variations significatives des pourcentages modaux à l'échelle centimétrique.



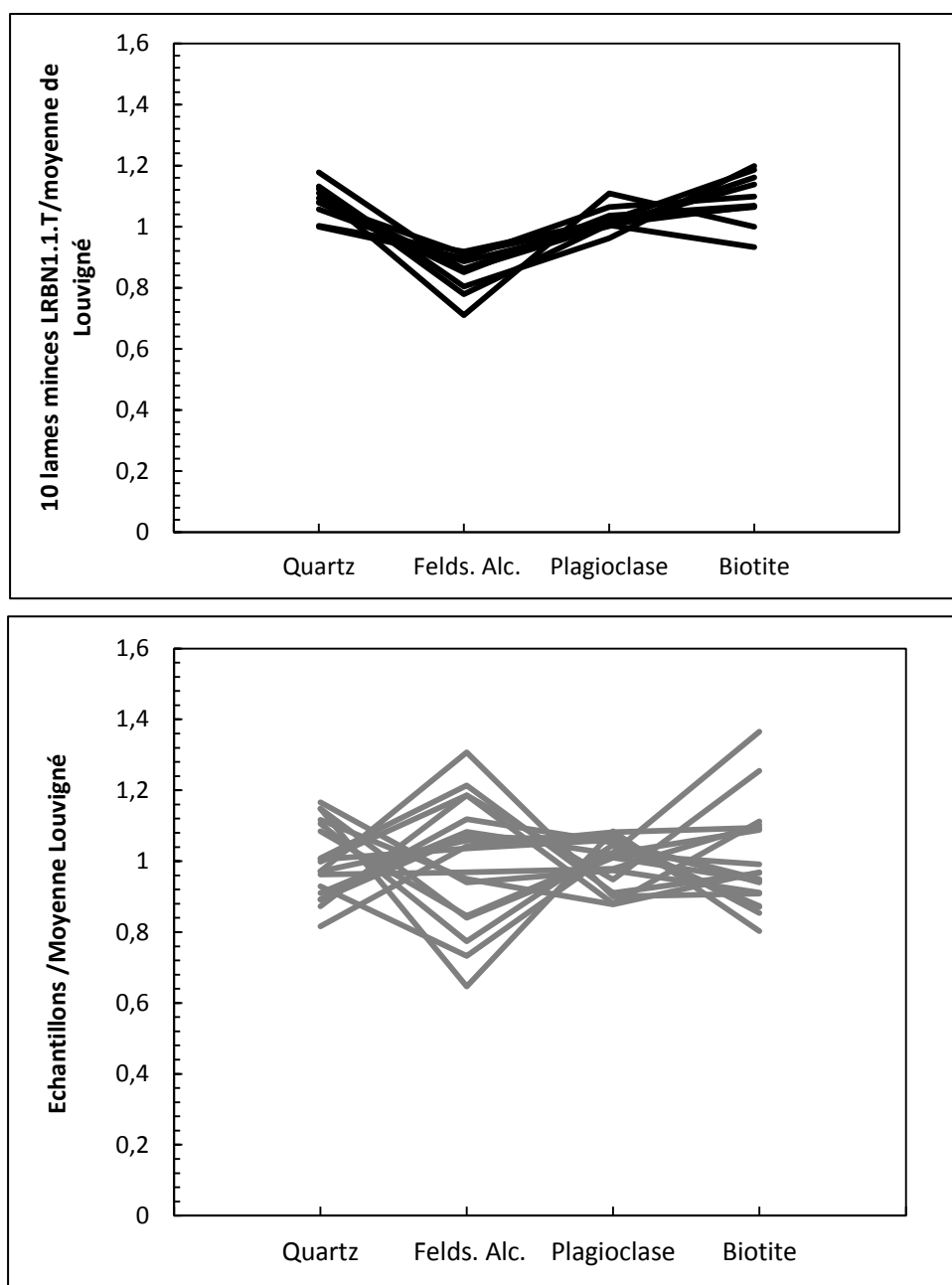
Annexe AI-17 : Pourcentages volumiques moyens sur deux comptages des principales phases minérales en fonction de la position des lames minces dans l'échantillon LRBN1.1.T.



Annexe AI-18 : Pourcentages volumiques des deux comptages sur le quartz dans les 10 lames minces de l'échantillon LRBN1.1.T.

En comparant l'Annexe AI-17 et l'Annexe AI-18, représentant les pourcentages volumiques des deux comptages sur le quartz dans les 10 lames minces de l'échantillon LRBN1.1.T, nous pouvons observer que les variations en quartz à l'échelle de l'échantillon (Annexe AI-17) sont supérieures à celles liées aux doubles comptages. Les variations sont donc bien significatives au sein d'un même échantillon. L'Annexe AI-18 illustre les incertitudes analytiques sur le comptage de points. En détails, ces incertitudes analytiques correspondent au changement dans le positionnement de la lame par deux opérateurs distincts (position verticale ou horizontale de la lame sur le microscope, positionnement de la grille au départ du comptage) mais ne peuvent pas exclure l'erreur de détermination de certains petits grains de minéraux par deux opérateurs différents.

L'Annexe AI-19 représente une comparaison des spectres normalisés des lames minces de LRBN1.1.T par la moyenne de Louvigné avec les spectres normalisés des échantillons de Louvigné par la même moyenne. Nous pouvons observer que les variations modales au sein d'un même échantillon (Louvigné ; LRBN1.1.T ; 10 lames minces ; spectres noirs) sont inférieures aux variations modales au sein de la population entière des échantillons de Louvigné (spectres gris ; 18 échantillons ; 5 carrières) ; en particulier pour le feldspath alcalin. De plus, il existe une cohérence dans l'allure des spectres noirs donc à l'échelle de l'échantillon. La variation intrinsèque au sein d'un même échantillon semble plus limitée qu'à l'échelle d'une intrusion.



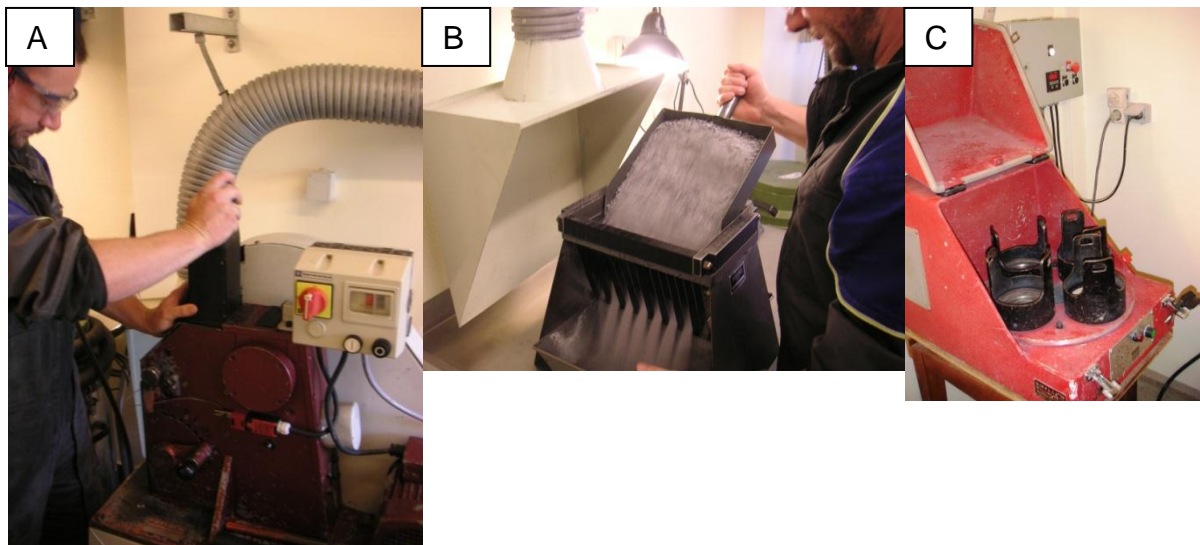
Annexe AI-19 : Comparaison des spectres normalisés des lames minces de LRBN1.1.T par la moyenne de Louvigné avec les spectres normalisés des échantillons de Louvigné par la même moyenne.

Annexes AII :
Analyse géochimique

1. La préparation des poudres

Cette préparation a été réalisée au sein de l'atelier Géomatériaux de Géosciences Rennes. Le protocole part de notre échantillon collecté en carrière pour obtenir un pilulier de poudre représentatif de l'ensemble de l'échantillon :

- Nettoyage des échantillons (lavabo, eau, brosse dure).
- Sciage et mise en forme des échantillons (scie diamantée à grand diamètre, eau, suppression des altérations et des enclaves (Nettoyage)) : Au cours de cette étape s'effectue la sélection et la séparation des morceaux (broyage, lames minces, l'échantillon témoin et l'échantillon pour le magnétisme).
- Séchage échantillons (Air comprimé), préparation des piluliers, sacs à gravier.
- Broyage : utilisation d'un concasseur à mâchoires Fritsch de type « pulvérisette I » (Annexe AII-20A) (Traitement des échantillons en alternance avec des phases de démontage/nettoyage/séchage du Broyeur pour limiter au maximum tout risque de pollution de l'échantillon, sachant que la contamination 0 n'existe pas).



Annexe AII-20 : (A) Broyeur à mâchoires de type Fritsch, (B) Quarter (séparation du gravier en plusieurs fois pour avoir un échantillon de sortie représentatif de l'ensemble du caillou et (C) Broyeur à Agate.

- Quartage : Division, réduction et homogénéisation du gravier issu du concassage à fin d'obtention d'échantillon représentatif (Annexe AII-20B). Utilisation d'un répartiteur à chute.
- Réduction manuelle de l'échantillon (affinage de l'échantillon avant passage dans le broyeur planétaire).

- Broyage à Agate : Utilisation d'un broyeur planétaire Fritsch de type « pulvérisette 5 » équipé de jarres et billes en Agate (Annexe AII-20C). Réduction de l'échantillon à fin d'analyse géochimique. La réduction se déroule en 2 phases, un pré-broyage (25 minutes) puis un affinage à vitesse plus élevée et de durée variable (25 à 40 minutes) visant à réduire totalement les éléments minéraux les plus difficiles (biotites, etc...) et à homogénéiser l'échantillon.

En conclusion de cette préparation, nous avons broyés et quartés des échantillons frais (5 à 10 kg) et enfin une fraction (environ 50 g par échantillon) a été réduite en une poudre fine en utilisant un mortier en agate. Lorsqu'elles étaient présentes, les enclaves ont été enlevées. Seules les plus petites (< 0,5 cm) ont été broyées avec les échantillons.

2. La géochimie élémentaire

Les poudres ainsi préparées ont été analysées par le Service d'Analyse des Roches et des Minéraux (SARM) au CRPG-CNRS à Nancy. Toutes les analyses ont été effectuées par spectrométrie d'émission optique atomique ICP-OES ou ICP-AES pour les éléments majeurs et par spectrométrie de masse ICP-MS pour les éléments traces. La spectrométrie de masse est une technique instrumentale d'analyse reposant sur la séparation, l'identification et la quantification des éléments constitutifs d'un échantillon en fonction de leur masse. Elle est basée sur le couplage d'une torche à plasma générant des ions et d'un spectromètre de masse quadripolaire (dans le cas de l'ICP—MS Thermoelectron X7) qui sépare ces ions en masse.

2.1. La variance et l'incertitude de l'analyse géochimique élémentaire

Toute cette partie fait référence à la partie 5.1 de l'article du Chapitre 3. Les incertitudes sur les analyses chimiques élémentaires proviennent des erreurs analytiques du SARM (Annexe AII-21) calculées à partir des écarts-types sur les analyses en double de matériaux de référence sur un an (n=300). En outre, les compositions géochimiques de 5 poudres dupliquées montrent que la préparation des échantillons introduit aucune ou de petites variations pour la plupart des éléments chimiques (double quartage lors de la préparation des échantillons : LRBN1.1 (Lv), LRBN1.2 (Lv), LALS1.1 (Lh), BGP1.2 (Lc) et SAG4.2.1 (Lc)). Les erreurs introduites par la préparation des échantillons peuvent être estimées à partir des plus grands écarts types (1σ) sur les analyses moyennes de chaque couple d'analyses (Annexe AII-22-33). Les variations relatives (calculées à partir des écarts-types des 5 échantillons) sont

de l'ordre ou inférieures aux incertitudes analytiques (e.g. MgO, Ga, Ta ; Annexe AII-21). Toutefois, les variations relatives obtenues pour As, U et Zn suggèrent que les fractions analysées de certaines de ces poudres dupliquées, obtenues selon une procédure standard, illustrent des proportions relatives différentes de grains de différentes natures minéralogiques (e.g. zircon, feldspaths). Dans le cas des comparaisons géochimiques, l'incertitude totale rattachée à chaque élément géochimique est la somme de ces deux incertitudes (Annexe AII-21).

	Erreurs Analytiques SARM 1σ (%)	Erreurs Préparation Echantillons 1σ (%)	Limite de Détection
	Tous échantillons	5 échantillons	Tous échantillons
SiO ₂	<1	1	0,5
TiO ₂	<5	2	0,001
Al ₂ O ₃	<1	2	0,02
Fe ₂ O ₃	<2	2	0,02
MnO	<10	8	0,005
MgO	<5(<10) si c>0.05	7	0,01
CaO	<5	4	0,02
Na ₂ O	<15	3	0,02
K ₂ O	<5	3	0,02
P ₂ O ₅	<10	4	0,003
As	<10 (>25) si c>1	33	1,20
Ba	<5	5	1,50
Be	>25	9	1,00
Bi	>25	15	0,10
Cd	>25	22	0,15
Ce	<5	6	0,10
Co	<15	7	0,40
Cr	<10 (<5) si c>50	15	5,00
Cs	<10	6	0,15
Cu	>25(<10) si c>10	9	5,00
Dy	<5	11	0,007
Er	<5	12	0,003
Eu	<5	3	0,004
Ga	<5	4	0,20
Gd	<5	9	0,02
Ge	<5	5	0,10
Hf	<10	3	0,04
Ho	<15 (<5) si c>1	12	0,001
In	>25	1	0,10
La	<5	7	0,05
Lu	<5	9	0,001
Mo	>25	48	0,35
Nb	<5	12	0,06
Nd	<5	8	0,03
Ni	>25	10	4,50
Pb	<5	3	1,40
Pr	<5	7	0,01
Rb	<5	4	0,35
Sb	>25	17	0,20
Sm	<5	7	0,01
Sn	<10	3	0,40
Sr	<5	4	1,20
Ta	<10	4	0,02
Tb	<5	4	0,006
Th	<10 (<5) si c>10	9	0,02
Tm	<10	7	0,005
U	<8	33	0,04
V	<10	8	0,60
W	>25 (<15) si c>1	5	0,30
Y	<5	8	0,40
Yb	<5	7	0,003
Zn	<8	13	11,00
Zr	<8	5	1,30

Annexe AII-21.

Tableaux récapitulatifs des erreurs analytiques du SARM, des erreurs calculées d'après le double quartage de 5 échantillons et des valeurs de détection limite des analyses géochimiques.

2.2. Tableaux de résultats de l'analyse géochimique élémentaire

Granit gris SilverStar du Tarn

wt.%	PLO1.1	PLO1.2	PLO1.3	PLO1.4	PLO2.1	PLO2.2	PLO2.3	PLO3.1	PLO3.2	PLO3.3
SiO ₂	71,42	70,49	70,93	71,71	71,63	71,93	71,44	70,54	71,66	71,53
TiO ₂	0,31	0,32	0,28	0,28	0,30	0,25	0,28	0,32	0,29	0,28
Al ₂ O ₃	14,67	14,80	14,86	14,70	14,76	14,31	14,68	15,04	15,05	14,68
Fe ₂ O ₃	2,60	2,67	2,43	2,36	2,49	2,19	2,37	2,70	2,45	2,43
MnO	0,06	0,06	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,05
MgO	0,69	0,71	0,61	0,63	0,67	0,55	0,64	0,72	0,64	0,61
CaO	2,27	2,29	2,28	2,23	2,36	2,23	2,19	2,37	2,37	2,23
Na ₂ O	3,32	3,30	3,38	3,35	3,34	3,32	3,27	3,43	3,47	3,34
K ₂ O	3,86	4,01	4,02	3,96	3,76	3,79	4,13	3,86	3,90	3,99
P ₂ O ₅	0,10	0,11	0,09	0,09	0,10	0,09	0,10	0,11	0,10	0,09
PF	0,82	0,90	0,61	0,56	0,97	0,84	1,07	0,93	0,29	0,60
Total	100,11	99,63	99,55	99,93	100,42	99,55	100,21	100,09	100,26	99,81

wt.%	PLO1.1	PLO1.2	PLO1.3	PLO1.4	PLO2.1	PLO2.2	PLO2.3	PLO3.1	PLO3.2	PLO3.3
SiO ₂	71,34	70,75	71,25	71,76	71,33	72,26	71,29	70,48	71,47	71,67
TiO ₂	0,31	0,32	0,28	0,28	0,30	0,25	0,28	0,32	0,29	0,28
Al ₂ O ₃	14,65	14,85	14,93	14,71	14,70	14,37	14,65	15,03	15,01	14,71
Fe ₂ O ₃	2,60	2,68	2,44	2,36	2,48	2,20	2,37	2,70	2,44	2,43
MnO	0,06	0,06	0,05	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,05
MgO	0,69	0,71	0,61	0,63	0,67	0,55	0,64	0,72	0,64	0,61
CaO	2,27	2,30	2,29	2,23	2,35	2,24	2,19	2,37	2,36	2,23
Na ₂ O	3,32	3,31	3,40	3,35	3,33	3,34	3,26	3,43	3,46	3,35
K ₂ O	3,86	4,02	4,04	3,96	3,74	3,81	4,12	3,86	3,89	4,00
P ₂ O ₅	0,10	0,11	0,09	0,09	0,10	0,09	0,10	0,11	0,10	0,09
PF	0,82	0,90	0,61	0,56	0,97	0,84	1,07	0,93	0,29	0,60
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Annexe AII-22.

Granit rose de La Clarté

wt.%	BGP 1.1	BGP 1.2.a	BGP 1.2.b	LCH 2.1	LCH 2.2.	SAG1 1.1.	SAG1 1.2	SAG4 1.1.	SAG4 2.1.a	SAG4 2.1.b
SiO ₂	75,22	74,51	76,93	74,74	76,64	75,37	74,40	74,87	75,09	76,45
TiO ₂	0,19	0,18	0,17	0,19	0,18	0,18	0,18	0,21	0,15	0,19
Al ₂ O ₃	12,60	13,35	12,04	12,89	12,15	12,82	12,75	12,24	12,10	12,47
Fe ₂ O ₃	1,59	1,58	1,43	1,73	1,57	1,59	1,58	1,58	1,47	1,64
MnO	0,03	0,02	0,02	0,03	0,03	0,03	0,03	0,03	0,02	0,03
MgO	0,24	0,21	0,21	0,25	0,21	0,24	0,25	0,21	0,21	0,23
CaO	1,06	0,92	0,99	1,04	0,89	1,04	0,91	0,95	0,84	0,86
Na ₂ O	2,94	2,99	2,77	2,98	2,82	2,95	3,02	2,83	2,90	2,89
K ₂ O	5,20	5,91	5,05	5,48	5,50	5,36	4,97	5,33	5,03	5,14
P ₂ O ₅	0,10	0,10	0,10	0,10	0,03	0,10	0,10	0,10	0,10	0,03
PF	0,69	0,58	0,58	0,85	0,67	0,69	0,90	0,56	0,91	0,84
Total	99,76	100,24	100,21	100,18	100,67	100,26	98,98	98,81	98,71	100,78

wt.%	BGP 1.1	BGP 1.2.a	BGP 1.2.b	LCH 2.1	LCH 2.2.	SAG1 1.1.	SAG1 1.2	SAG4 1.1.	SAG4 2.1.a	SAG4 2.1.b
SiO ₂	75,40	74,33	76,77	74,61	76,13	75,17	75,17	75,77	76,07	75,86
TiO ₂	0,19	0,17	0,17	0,19	0,18	0,18	0,18	0,22	0,16	0,19
Al ₂ O ₃	12,63	13,32	12,02	12,87	12,07	12,79	12,88	12,38	12,26	12,37
Fe ₂ O ₃	1,59	1,58	1,43	1,73	1,56	1,59	1,60	1,60	1,49	1,63
MnO	0,03	0,02	0,02	0,03	0,02	0,03	0,03	0,03	0,02	0,02
MgO	0,24	0,21	0,21	0,25	0,20	0,24	0,25	0,21	0,21	0,23
CaO	1,06	0,92	0,99	1,03	0,88	1,04	0,92	0,97	0,85	0,86
Na ₂ O	2,94	2,98	2,77	2,98	2,80	2,95	3,05	2,86	2,94	2,87
K ₂ O	5,21	5,89	5,04	5,47	5,46	5,34	5,02	5,40	5,09	5,10
P ₂ O ₅	0,10	0,10	0,10	0,10	0,03	0,10	0,10	0,10	0,10	0,03
PF	0,70	0,58	0,57	0,85	0,67	0,68	0,91	0,57	0,92	0,83
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Annexe AII-23.

Granit gris bleu de Louvigné

wt.%	LG 1.1	LG 2.1	LG4.1	LR 1.1	LR 1.2	LR 2.2	LR 4.1	LGOT 1.1	LGOT 1.1.C	LGOT1.1.Bis
SiO ₂	66,59	68,16	67,68	66,44	65,99	65,69	66,76	67,45	67,52	68,53
TiO ₂	0,76	0,67	0,72	0,74	0,72	0,72	0,72	0,71	0,66	0,65
Al ₂ O ₃	15,18	15,19	15,00	15,56	15,20	15,22	15,54	15,04	15,26	14,85
Fe ₂ O ₃	4,86	4,20	4,46	4,80	4,67	4,73	4,67	4,59	4,28	4,17
MnO	0,06	0,05	0,06	0,06	0,05	0,06	0,06	0,06	0,05	0,05
MgO	1,50	1,31	1,44	1,44	1,39	1,38	1,44	1,41	1,27	1,26
CaO	2,35	1,98	2,39	2,56	2,49	2,44	2,50	2,27	2,10	1,91
Na ₂ O	3,43	3,44	3,43	3,53	3,48	3,49	3,56	3,41	3,62	3,40
K ₂ O	3,69	3,92	3,59	3,67	3,65	3,76	3,69	3,72	3,71	3,91
P ₂ O ₅	0,23	0,21	0,22	0,22	0,20	0,22	0,21	0,22	0,20	0,20
PF	1,19	1,49	1,01	1,33	1,27	1,26	1,44	1,33	1,23	1,13
Total	99,83	100,60	99,99	100,35	99,12	98,95	100,58	100,32	99,89	100,06

wt.%	LGOT 1.2	LGOT 1.2.C	LGOT1.3H	LGOT1.3B	LRB 1.1.	LRB1.2	LRBN 1.1.a	LRBN 1.1.b	LRBN 1.2.a	LRBN 1.2.b
SiO ₂	66,53	68,40	67,19	68,52	66,04	67,30	67,61	66,54	67,11	67,83
TiO ₂	0,63	0,64	0,66	0,63	0,75	0,73	0,69	0,72	0,66	0,64
Al ₂ O ₃	14,98	14,73	15,01	14,70	15,44	15,45	15,12	15,21	15,42	14,96
Fe ₂ O ₃	4,07	4,12	4,75	4,09	4,81	4,64	4,54	4,79	4,39	4,30
MnO	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,05
MgO	1,19	1,22	1,29	1,22	1,53	1,51	1,37	1,45	1,30	1,25
CaO	2,16	1,95	1,97	1,92	2,38	2,42	2,05	2,09	1,97	1,94
Na ₂ O	3,40	3,38	3,44	3,42	3,38	3,52	3,37	3,37	3,54	3,50
K ₂ O	3,82	3,94	4,00	3,86	3,77	3,77	3,91	3,90	3,95	3,72
P ₂ O ₅	0,20	0,19	0,21	0,19	0,27	0,26	0,21	0,22	0,22	0,20
PF	1,50	0,82	1,04	1,12	1,15	1,22	1,29	1,54	1,52	1,33
Total	98,52	99,44	99,60	99,73	99,58	100,86	100,23	99,89	100,11	99,73

wt.%	LG 1.1	LG 2.1	LG4.1	LR 1.1	LR 1.2	LR 2.2	LR 4.1	LGOT 1.1	LGOT 1.1.C	LGOT1.1.Bis
SiO ₂	66,70	67,75	67,69	66,20	66,57	66,38	66,37	67,23	67,59	68,49
TiO ₂	0,76	0,66	0,72	0,74	0,73	0,73	0,72	0,71	0,66	0,65
Al ₂ O ₃	15,20	15,10	15,00	15,51	15,34	15,38	15,45	14,99	15,28	14,84
Fe ₂ O ₃	4,87	4,17	4,46	4,79	4,71	4,78	4,64	4,58	4,28	4,17
MnO	0,06	0,05	0,06	0,06	0,05	0,06	0,06	0,06	0,05	0,05
MgO	1,50	1,30	1,44	1,43	1,40	1,39	1,43	1,41	1,27	1,26
CaO	2,35	1,96	2,39	2,55	2,52	2,47	2,48	2,26	2,10	1,91
Na ₂ O	3,43	3,42	3,43	3,52	3,51	3,53	3,54	3,40	3,62	3,40
K ₂ O	3,70	3,89	3,59	3,66	3,69	3,80	3,67	3,71	3,71	3,91
P ₂ O ₅	0,23	0,21	0,22	0,22	0,20	0,22	0,21	0,22	0,20	0,20
PF	1,19	1,48	1,01	1,32	1,28	1,27	1,43	1,33	1,23	1,13
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

wt.%	LGOT 1.2	LGOT 1.2.C	LGOT1.3H	LGOT1.3B	LRB 1.1.	LRB1.2	LRBN 1.1.a	LRBN 1.1.b	LRBN 1.2.a	LRBN 1.2.b
SiO ₂	67,53	68,79	67,46	68,71	66,32	66,73	67,46	66,61	67,04	68,01
TiO ₂	0,63	0,64	0,66	0,63	0,75	0,72	0,69	0,72	0,65	0,64
Al ₂ O ₃	15,21	14,81	15,07	14,74	15,51	15,31	15,09	15,23	15,40	15,00
Fe ₂ O ₃	4,13	4,14	4,77	4,10	4,83	4,60	4,53	4,80	4,38	4,31
MnO	0,05	0,05	0,05	0,05	0,06	0,06	0,06	0,06	0,06	0,05
MgO	1,21	1,23	1,30	1,22	1,54	1,49	1,37	1,45	1,30	1,26
CaO	2,19	1,96	1,98	1,93	2,39	2,40	2,05	2,09	1,97	1,95
Na ₂ O	3,45	3,40	3,45	3,43	3,40	3,48	3,36	3,37	3,53	3,51
K ₂ O	3,87	3,96	4,02	3,87	3,78	3,73	3,90	3,91	3,95	3,73
P ₂ O ₅	0,20	0,19	0,21	0,19	0,27	0,26	0,21	0,22	0,21	0,20
PF	1,53	0,82	1,04	1,12	1,16	1,21	1,29	1,54	1,51	1,33
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Annexe AII-24.

Granit bleu de Lanhélin									
wt. %	LAH 1.1.	LAH1.3	LAH 1.4	LAH 2.1	LALS 1.1.a	LALS 1.1.b	LALS 3.1.2	LAGOT 1.1.	LAGOT 1.2.
SiO ₂	68,63	70,52	68,58	69,22	68,86	69,23	68,38	69,44	69,15
TiO ₂	0,49	0,48	0,50	0,48	0,50	0,52	0,53	0,49	0,47
Al ₂ O ₃	14,86	14,75	15,04	15,10	15,19	15,11	15,14	15,25	14,62
Fe ₂ O ₃	3,52	3,37	3,52	3,49	3,52	3,61	3,77	3,53	3,40
MnO	0,05	0,04	0,04	0,05	0,04	0,04	0,05	0,05	0,05
MgO	0,93	0,93	0,93	0,93	0,95	0,98	0,99	0,95	0,91
CaO	1,84	1,76	1,60	1,75	1,94	1,90	1,84	1,81	1,64
Na ₂ O	3,49	3,37	3,20	3,37	3,63	3,58	3,39	3,51	3,56
K ₂ O	4,12	4,34	4,20	4,43	4,06	4,16	3,97	4,19	3,78
P ₂ O ₅	0,19	0,22	0,23	0,22	0,20	0,21	0,22	0,22	0,20
PF	1,36	1,06	1,63	1,37	1,21	0,99	1,24	0,88	0,89
Total	99,47	100,83	99,47	100,39	100,10	100,31	99,51	99,77	98,68

wt. %	LAH 1.1.	LAH1.3	LAH 1.4	LAH 2.1	LALS 1.1.a	LALS 1.1.b	LALS 3.1.2	LAGOT 1.1.	LAGOT 1.2.
SiO ₂	68,99	69,94	68,95	68,95	68,79	69,02	68,71	69,60	70,08
TiO ₂	0,50	0,47	0,50	0,48	0,50	0,51	0,53	0,49	0,48
Al ₂ O ₃	14,94	14,63	15,12	15,04	15,17	15,06	15,22	15,29	14,82
Fe ₂ O ₃	3,53	3,34	3,54	3,47	3,52	3,59	3,79	3,54	3,45
MnO	0,05	0,04	0,04	0,05	0,04	0,04	0,05	0,05	0,05
MgO	0,94	0,92	0,94	0,92	0,95	0,98	1,00	0,95	0,92
CaO	1,85	1,75	1,61	1,74	1,94	1,89	1,85	1,81	1,67
Na ₂ O	3,51	3,34	3,22	3,35	3,63	3,56	3,41	3,52	3,61
K ₂ O	4,14	4,30	4,22	4,41	4,05	4,15	3,99	4,20	3,83
P ₂ O ₅	0,19	0,21	0,23	0,22	0,20	0,20	0,22	0,22	0,20
PF	1,37	1,05	1,64	1,37	1,21	0,99	1,25	0,88	0,90
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Annexe AII-25.

Granits analogues							
wt. %	QE	A	B	654	SP1	PORRINO	603
SiO ₂	70,61	64,48	65,34	59,29	62,59	74,46	71,48
TiO ₂	0,42	0,87	0,82	0,84	0,66	0,15	0,22
Al ₂ O ₃	15,01	15,87	15,40	16,27	14,17	12,78	15,19
Fe ₂ O ₃	2,49	4,44	4,20	7,14	5,36	1,92	1,97
MnO	0,04	0,06	0,05	0,11	0,09	0,02	0,05
MgO	1,26	1,67	1,70	3,54	4,63	0,18	0,47
CaO	2,47	2,66	2,28	6,47	4,84	0,74	2,46
Na ₂ O	3,71	2,94	2,91	3,01	2,47	3,09	3,98
K ₂ O	3,94	4,51	4,59	2,71	3,25	5,54	3,54
P ₂ O ₅	0,22	0,39	0,39	0,23	0,12	0,10	0,08
PF	0,75	0,86	1,06	0,41	1,26	0,54	0,66
Total	100,89	98,75	98,74	100,03	99,43	99,42	100,10

wt. %	QE	A	B	654	SP1	PORRINO	603
SiO ₂	69,98	65,30	66,17	59,27	62,95	74,89	71,41
TiO ₂	0,42	0,88	0,83	0,84	0,66	0,15	0,22
Al ₂ O ₃	14,88	16,07	15,60	16,26	14,25	12,85	15,18
Fe ₂ O ₃	2,46	4,50	4,25	7,14	5,39	1,93	1,97
MnO	0,04	0,06	0,05	0,11	0,09	0,02	0,05
MgO	1,24	1,69	1,72	3,54	4,66	0,18	0,47
CaO	2,44	2,69	2,31	6,46	4,87	0,74	2,45
Na ₂ O	3,68	2,98	2,95	3,01	2,48	3,11	3,98
K ₂ O	3,90	4,57	4,65	2,71	3,27	5,57	3,54
P ₂ O ₅	0,21	0,39	0,39	0,23	0,12	0,10	0,08
PF	0,74	0,87	1,07	0,41	1,27	0,54	0,66
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Annexe AII-26.

Echantillons erratiques de granits

wt.%	LOUV	LGOTBE	PLT	LALS	SAG4	P1
SiO ₂	66,79	67,75	65,67	69,70	73,69	69,08
TiO ₂	0,70	0,67	0,79	0,48	0,16	0,44
Al ₂ O ₃	15,13	14,90	15,47	14,75	13,52	14,56
Fe ₂ O ₃	4,46	4,34	5,32	3,45	1,45	2,65
MnO	0,05	0,05	0,06	0,05	0,02	0,03
MgO	1,41	1,31	1,83	0,98	0,24	0,75
CaO	2,26	2,13	2,14	1,85	0,89	1,84
Na ₂ O	3,47	3,46	3,25	3,47	3,00	3,39
K ₂ O	3,75	3,75	3,57	4,03	6,24	5,27
P ₂ O ₅	0,21	0,20	0,21	0,19	0,10	0,14
PF	1,02	1,14	1,26	0,61	0,61	0,75
Total	99,26	99,68	99,56	99,56	99,82	98,90

wt.%	LOUV	LGOTBE	PLT	LALS	SAG4	P1
SiO ₂	67,29	67,97	65,96	70,01	73,82	69,85
TiO ₂	0,71	0,67	0,79	0,48	0,16	0,45
Al ₂ O ₃	15,24	14,95	15,54	14,82	13,54	14,72
Fe ₂ O ₃	4,49	4,35	5,34	3,47	1,45	2,68
MnO	0,05	0,05	0,06	0,05	0,02	0,03
MgO	1,42	1,31	1,84	0,98	0,24	0,76
CaO	2,28	2,14	2,15	1,86	0,89	1,86
Na ₂ O	3,50	3,47	3,26	3,49	3,01	3,43
K ₂ O	3,78	3,76	3,59	4,05	6,25	5,33
P ₂ O ₅	0,21	0,20	0,21	0,19	0,10	0,14
PF	1,03	1,14	1,27	0,61	0,61	0,76
Total	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00	100,00

Annexe AII-27.

Ensemble des tableaux récapitulatifs des analyses géochimiques en éléments majeurs de chaque pierre de construction de type granit étudiée. Analyses brutes du SARM et recalculées à 100%. Les lettres a et b correspondent au double quartage (a le premier quartage et b le deuxième quartage).

Granit gris SilverStar du Tarn

(ppm)	PLO1.1	PLO1.2	PLO1.3	PLO1.4	PLO2.1	PLO2.2	PLO2.3	PLO3.1	PLO3.2	PLO3.3
As	< L.D.	1,297	< L.D.	1,782	4,415	< L.D.	< L.D.	1,182	1,404	< L.D.
Ba	474,2	506,7	480,1	485,3	472,6	477,9	509,2	460,7	493,3	490,1
Be	3,536	3,812	3,9	3,775	3,17	3,735	3,388	3,51	3,644	3,412
Bi	0,674	0,617	0,929	0,684	0,657	0,714	0,664	0,539	0,672	0,431
Cd	0,278	0,182	< L.D.	0,157	0,163	0,141	0,152	0,162	0,162	0,146
Ce	53,45	47,96	41,55	46,4	47,93	38,97	46,79	53,37	46,67	43,01
Co	3,483	3,547	3,153	2,942	3,201	2,771	3,071	3,492	3,061	3,438
Cr	26,52	22,11	16,18	23,48	19,42	22,25	31,79	17,21	26,7	26,71
Cs	8,742	8,94	9,529	10,59	7,769	8,158	8,188	9,428	7,617	8,178
Cu	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
Dy	3,996	3,846	3,747	3,872	3,909	3,475	3,487	3,99	3,827	3,46
Er	2,026	1,988	1,985	2,04	2,036	1,874	1,766	2,032	1,958	1,773
Eu	0,833	0,84	0,827	0,818	0,853	0,769	0,829	0,846	0,837	0,802
Ga	18,84	19,39	18,91	18,76	18,4	17,63	18,43	20,44	19,29	18,61
Gd	4,418	4,19	3,776	4,09	4,198	3,561	3,922	4,537	4,105	3,743
Ge	1,588	1,587	1,657	1,628	1,539	1,547	1,507	1,558	1,557	1,501
Hf	3,503	3,634	3,318	3,275	3,828	3,092	3,347	3,726	3,48	3,379
Ho	0,738	0,709	0,704	0,707	0,738	0,662	0,645	0,735	0,696	0,634
In	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
La	27,37	24,66	21,42	24,2	24,61	19,88	24,07	27,38	24,1	22,25
Lu	0,307	0,3	0,305	0,307	0,309	0,284	0,268	0,31	0,305	0,276
Mo	0,637	0,635	0,344	< L.D.	0,467	0,33	0,583	0,488	0,504	0,383
Nb	11,25	11,62	10,69	10,19	10,58	9,445	10,14	12,17	10,62	10,41
Nd	23,04	20,98	18,29	20,59	21,26	16,88	20,57	23,48	20,53	18,86
Ni	4,573	4,699	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	4,769	4,986	< L.D.	4,606
Pb	29,4159	29,8744	31,1561	29,9207	28,2398	28,9111	30,7572	29,8038	29,947	30,1061
Pr	6,258	5,657	4,902	5,47	5,662	4,561	5,498	6,278	5,504	5,049
Rb	156,9	161,2	162,1	158,3	150,1	146,6	159,6	161,6	159,3	158,8
Sb	0,219	0,211	0,144	0,232	0,202	0,142	0,205	0,203	0,185	0,177
Sm	5,143	4,703	4,178	4,518	4,675	3,866	4,473	5,081	4,671	4,214
Sn	7,442	7,692	7,788	7,39	6,912	6,878	6,943	7,889	6,917	7,026
Sr	130,8	135,2	132	130,1	136,9	126,8	133,8	138	145,6	129,8
Ta	1,712	1,71	1,715	1,673	1,549	1,555	1,549	1,804	1,643	1,576
Tb	0,698	0,666	0,625	0,653	0,687	0,578	0,617	0,705	0,65	0,599
Th	13,68	12,03	10,54	11,8	11,73	9,868	11,85	13,59	11,9	10,38
Tm	0,305	0,303	0,306	0,309	0,307	0,29	0,268	0,305	0,304	0,278
U	5,675	5,695	7,528	4,848	4,92	6,611	4,659	6,92	6,075	5,912
V	12,54	13,09	11,64	11,26	12	10,1	11,6	13,51	12,3	13,73
W	0,288	0,285	0,254	0,292	0,287	0,246	0,282	0,276	0,327	0,303
Y	23,47	22,3	22,2	22,81	23,12	20,84	20,36	23,06	22,01	20,34
Yb	2,079	1,969	2,035	2,045	2,06	1,954	1,805	2,093	2,007	1,815
Zn	63	61,3	56,34	54,12	55,56	49,13	54,78	65,16	56,44	54,03
Zr	113,7	115,1	106,1	100,7	122,8	97,61	111	120,9	110,6	106,1

Annexe AII-28.

Granit rose de La Clarté

(ppm)	BGP 1.1	BGP 1.2.a	BGP 1.2.b	LCH 2.1	LCH 2.2.	SAG1 1.1.	SAG1 1.2	SAG4 1.1.	SAG4 2.1.a	SAG4 2.1.b
As	5,596	5,21	4,932	4,501	3,82	2,658	3,061	5,362	5,038	2,559
Ba	134,6	126,1	119,1	100,8	116,5	112,3	115,7	117,3	96	103,8
Be	5,786	6,077	5,514	4,605	5,585	7,141	5,881	6,339	6,559	6,563
Bi	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
Cd	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	0,159	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
Ce	192	180,3	171,1	176	198,8	155,9	180	238,1	173,4	189,3
Co	0,933	1,026	0,933	0,946	0,99	0,983	0,921	0,939	0,848	0,979
Cr	19,77	19,2	25,28	18,94	25,59	21,34	18,93	22,06	22,07	25,26
Cs	4,591	4,21	3,75	3,523	3,715	3,775	3,473	4,932	3,412	3,543
Cu	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
Dy	2,649	2,713	2,491	3,308	3,499	2,849	3,57	3,823	3,015	3,804
Er	1,078	1,114	0,995	1,372	1,403	1,202	1,464	1,655	1,253	1,595
Eu	1,051	1,016	0,973	0,934	1,043	0,966	1,04	1,144	0,925	0,975
Ga	19,73	19,82	18,32	18,85	20,86	20,88	19,8	20,49	19,97	19,94
Gd	5,014	5,197	4,666	5,818	6,611	5,43	6,289	6,878	5,565	6,64
Ge	1,348	1,33	1,283	1,35	1,479	1,377	1,437	1,482	1,336	1,424
Hf	4,761	5,723	5,373	5,6	6,073	5,188	5,297	6,611	5,526	5,831
Ho	0,404	0,417	0,378	0,519	0,547	0,447	0,563	0,612	0,474	0,598
In	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
La	95,71	90,23	86,04	87,24	97,84	73,05	85,98	118	81,47	94,54
Lu	0,146	0,152	0,138	0,177	0,177	0,171	0,194	0,234	0,172	0,209
Mo	0,912	3,628	10,26	2,189	2,678	2,905	8,103	0,477	1,293	0,98
Nb	11,48	12,81	11,38	14,99	15,96	17,52	16,32	20,54	14,85	19,18
Nd	67,19	65,48	61,12	65,66	74,33	58,45	66,72	85,52	64,16	70,82
Ni	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	4,938	5,333
Pb	31,508	29,4179	28,4451	29,933	32,6877	32,0845	29,6424	32,2807	30,3486	28,4159
Pr	20,67	19,8	18,79	19,5	22	17,43	19,8	25,97	19,17	20,93
Rb	245,8	226,6	208,1	237,8	263,1	240,7	250,4	246,2	240,5	242,3
Sb	0,247	< L.D.	< L.D.	0,21	< L.D.	0,277	< L.D.	0,252	< L.D.	< L.D.
Sm	9,79	9,846	9,163	10,74	12,3	9,971	11,28	13,05	10,68	12,1
Sn	1,275	1,332	1,241	1,101	1,393	1,166	1,439	2,205	1,358	1,909
Sr	80,45	76,41	70,78	70,96	81,45	76,86	81,1	75,28	69,08	69,88
Ta	0,81	0,853	0,719	1,008	0,853	0,998	1,051	1,643	0,878	1,186
Tb	0,591	0,601	0,554	0,716	0,797	0,647	0,783	0,849	0,682	0,823
Th	125,5	144,8	119,7	128,6	133,3	122,2	124,8	153,5	120,1	131,9
Tm	0,148	0,15	0,134	0,186	0,185	0,167	0,197	0,232	0,169	0,218
U	15,98	20,37	16,5	21,3	21,79	23,77	33,36	16,97	24,08	26,37
V	3,277	3,337	2,978	2,946	3,308	2,899	3,227	3,341	2,514	2,972
W	0,384	0,397	0,358	0,472	0,515	0,649	0,918	0,374	0,469	0,46
Y	11,33	11,41	10,28	14,1	14,36	12,27	15,1	16,85	12,48	16,18
Yb	0,968	0,977	0,895	1,187	1,164	1,126	1,284	1,548	1,128	1,444
Zn	18,74	19,69	18,37	17,98	20,51	20,05	18,69	23,2	21,64	23,24
Zr	146,7	176,7	163,5	167,2	184,5	154,3	156,9	199	158,5	173,9

Annexe AII-29.

Granit gris bleu de Louvigné

(ppm)	LG 1.1	LG 2.1	LG4.1	LR 1.1	LR 1.2	LR 2.2	LR 4.1	LGOT 1.1	LGOT 1.1.C	LGOT1.1.Bis
As	15,87	12,57	6,072	2,65	2,336	6,464	11,98	13,8	8,486	7,378
Ba	625,6	592,2	638,3	660,7	690,6	685,4	666,7	647,6	687,4	739,8
Be	2,261	2,198	2,005	1,901	1,909	2,315	2,002	2,83	2,313	2,518
Bi	0,201	0,175	< L.D.	0,106	0,194	0,114	0,13	0,23	0,143	0,128
Cd	0,272	0,229	0,258	0,194	0,268	0,247	0,268	0,252	0,266	0,226
Ce	67,91	58,59	64,29	68,68	69,47	69,61	65,94	66,03	69,51	66,27
Co	8,152	7,047	7,964	8,074	8,1	8,682	8,251	7,956	7,531	7,402
Cr	50,34	48,07	47,24	51,44	48,63	47,04	44,46	49,78	40,82	37,59
Cs	7,461	8,111	6,871	6,284	5,638	7,313	6,916	9,78	7,132	7,533
Cu	13,04	13,44	11,08	12,68	13,95	19,96	12,93	12,52	12,89	14,1
Dy	5,602	5,343	5,089	5,774	5,743	5,874	5,564	5,475	5,785	6,115
Er	2,995	2,99	2,694	3,14	3,07	3,182	3,086	2,967	3,197	3,519
Eu	0,975	0,959	1,051	1,047	1,056	1,008	1,033	1,026	1,001	0,983
Ga	19,77	18,77	19,5	19,78	20,02	21,26	20,5	20,68	20,48	19,57
Gd	5,999	5,504	5,694	6,112	6,149	6,236	5,898	5,989	6,291	6,273
Ge	1,487	1,45	1,436	1,446	1,375	1,594	1,478	1,544	1,462	1,524
Hf	5,753	5,189	5,505	6,331	6,103	6,439	5,959	5,9	6,149	5,698
Ho	1,076	1,039	0,967	1,11	1,088	1,136	1,082	1,056	1,139	1,23
In	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	0,114	0,102
La	31,91	27,77	29,38	32,08	32,51	32	30,82	30,99	33,73	32,2
Lu	0,452	0,453	0,402	0,468	0,453	0,481	0,461	0,452	0,488	0,516
Mo	0,725	0,563	0,968	0,553	0,743	0,675	1,189	0,691	0,843	0,7
Nb	9,623	8,36	9,467	9,642	9,258	10,31	9,477	9,605	9,708	9,451
Nd	31,48	27,44	29,59	32,32	32,52	32,43	30,91	30,72	32,81	31,39
Ni	16,1	14,69	14,32	15,71	16,17	14,6	14,57	14,37	13,59	16,54
Pb	18,2832	19,809	19,3717	19,0865	19,4334	19,4804	19,3667	20,0689	20,6601	20,6951
Pr	8,139	7,054	7,676	8,338	8,399	8,446	7,993	7,9	8,445	8,042
Rb	133,6	132,9	133,7	129	124	143,4	133,3	139,4	139,2	139,7
Sb	0,201	0,21	0,132	< L.D.	< L.D.	< L.D.	0,208	0,257	0,133	0,136
Sm	6,754	5,911	6,348	6,963	6,863	7,032	6,581	6,503	7,075	6,795
Sn	4,797	5,116	2,955	3,898	3,634	4,469	4,278	5,922	3,962	3,791
Sr	114,7	114,2	124,9	121,2	119,5	122,9	119,3	117,2	127,1	119
Ta	0,936	0,908	0,896	0,893	0,83	0,977	0,895	1,001	0,932	0,935
Tb	0,93	0,88	0,874	0,969	0,974	0,987	0,936	0,925	0,991	1,027
Th	10,33	9,222	10,03	10,57	10,86	10,58	10,14	10,09	12,16	11,49
Tm	0,446	0,442	0,396	0,456	0,443	0,469	0,457	0,44	0,478	0,517
U	4,646	3,766	2,691	2,946	3,069	3,673	3,165	4,651	4,221	4,018
V	47,31	40,13	47,11	44,35	43,12	45,09	42,8	46,69	43,18	40,97
W	1,195	1,756	0,955	0,869	0,822	0,918	1,403	1,442	0,848	0,88
Y	30	30,26	27,78	31,62	30,51	33,34	31,23	29,56	33,24	36,28
Yb	2,897	2,94	2,62	3,037	2,988	3,135	3,016	2,927	3,23	3,473
Zn	67,72	57,11	74,9	68,02	69,13	68,67	71,68	66,71	72,07	71,71
Zr	209,1	186,8	198,9	228,7	221,2	234	213,9	211,7	224,9	206,5

(ppm)	LGOT 1.2	LGOT 1.2.C	LGOT1.3H	LGOT1.3B	LRB 1.1.	LRB1.2	LRBN 1.1.a	LRBN 1.1.b	LRBN 1.2.a	LRBN 1.2.b
As	10,11	8,825	21,18	7,126	8,687	11,16	10,23	11,87	10,06	9,776
Ba	682,2	700,7	726,4	704,7	672,7	623,8	724,1	724,1	686	637,9
Be	2,089	1,624	2,422	2,355	1,889	1,532	2,271	2,669	2,422	2,141
Bi	< L.D.	0,124	0,162	< L.D.	0,192	0,31	0,176	0,236	0,137	0,142
Cd	0,198	0,234	0,35	0,194	0,209	0,224	0,252	0,253	0,208	0,199
Ce	64,48	63,05	66,64	66	68,99	66,95	69,2	72,14	65,94	62,41
Co	6,999	7,302	9,591	7,26	8,325	8,262	7,834	7,997	7,142	6,908
Cr	37,55	38,5	45,93	41,23	50,19	51,21	43,42	52,52	45,29	38,34
Cs	6,573	7,137	7,266	8,002	7,685	8,245	7,054	7,584	6,966	6,79
Cu	10,52	15,19	42,71	14,57	13,61	18,64	12,68	14,97	12,12	12,37
Dy	5,48	5,401	5,591	5,976	5,206	5,214	5,76	6,026	5,772	5,349
Er	3,004	2,942	3,059	3,304	2,773	2,797	3,243	3,412	3,281	3,017
Eu	1,005	0,953	0,98	0,984	1,08	1,078	1,004	1,008	0,992	0,975
Ga	19,72	19,35	20,11	19,7	19,84	19,45	19,54	19,96	19,41	19,17
Gd	5,808	5,853	6,011	6,222	5,972	5,859	6,135	6,409	5,978	5,532
Ge	1,559	1,489	1,464	1,498	1,586	1,539	1,516	1,549	1,546	1,46
Hf	5,528	5,319	5,983	5,639	6,101	5,693	6,05	6,384	5,99	5,724
Ho	1,066	1,052	1,074	1,158	1,002	1,012	1,124	1,198	1,147	1,063
In	< L.D.	< L.D.	< L.D.	0,11	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
La	29,91	30,77	32,52	31,81	32,16	30,6	32,16	33,61	30,69	28,87
Lu	0,455	0,44	0,45	0,494	0,414	0,418	0,49	0,518	0,501	0,47
Mo	0,757	0,754	2,583	0,71	0,891	0,819	0,976	0,842	0,684	0,92
Nb	9,01	9,309	9,551	9,44	9,439	9,199	9,202	9,75	8,819	8,322
Nd	29,9	29,92	31,65	30,92	31,92	30,89	32,13	33,71	30,82	28,94
Ni	11,22	13,96	26,43	13,05	14,45	14,98	14,92	18,06	13,19	13,45
Pb	21,1195	20,885	21,1621	21,6973	19,7718	19,8462	20,1853	20,7048	20,7741	19,9868
Pr	7,884	7,715	8,156	8,001	8,297	8	8,389	8,69	7,933	7,471
Rb	135,9	137,8	143,4	139,7	131,7	136,6	138,5	142,8	137,5	131,1
Sb	< L.D.	0,131	0,182	0,143	< L.D.	0,12	< L.D.	0,284	< L.D.	< L.D.
Sm	6,544	6,478	6,756	6,762	6,664	6,527	6,924	7,229	6,674	6,175
Sn	4,268	3,875	4,03	4,06	4,617	3,735	4,322	4,532	4,263	4,197
Sr	116,3	115,5	118,9	121,3	122,5	127,6	115,8	115,7	111,7	110,1
Ta	0,856	0,885	0,915	0,89	0,893	0,966	0,927	0,996	0,951	0,934
Tb	0,93	0,911	0,966	0,988	0,911	0,888	0,972	1,018	0,954	0,886
Th	10,36	11,04	11,37	11,31	10,1	10,13	10,82	11,37	10,43	9,96
Tm	0,456	0,436	0,451	0,498	0,411	0,414	0,482	0,509	0,496	0,462
U	3,432	3,434	3,738	3,365	3,307	3,966	3,709	4,068	4,609	4,071
V	38,65	40,46	42,04	40,88	49,15	49,06	42,5	44,77	40,4	39,17
W	0,851	0,818	0,898	0,856	1,208	1,115	1,014	1,106	1,07	1,065
Y	31,21	30,96	31,54	34,5	29,08	29,15	33,18	34,7	33,31	30,4
Yb	2,992	2,944	3,015	3,386	2,716	2,714	3,209	3,409	3,342	3,093
Zn	59,88	67,17	71,2	71,04	70,23	72,2	68,31	87,9	62,72	60,82
Zr	199,5	197,8	221,3	212,7	223,5	207,4	223	232,4	210,5	203,3

Annexe AII-30.

Granit bleu de Lanhélin

(ppm)	LAH 1.1.	LAH1.3	LAH 1.4	LAH 2.1	LALS 1.1.a	LALS 1.1.b	LALS 3.1(2)	LAGOT 1.1.	LAGOT 1.2.
As	10,66	3,632	5,522	7,472	9,617	16,76	14,75	5,031	5,01
Ba	592,3	551,6	612,5	608,9	525,8	574,9	577	565	493,40
Be	2,342	0,978	< L.D.	1,007	3,39	3,427	1,852	1,322	1,49
Bi	< L.D.	0,11	0,153	0,115	0,103	< L.D.	0,131	0,189	0,22
Cd	0,21	0,171	0,185	0,178	0,15	0,234	0,179	0,206	0,22
Ce	52,48	45,67	53,23	52,75	51,45	58,53	55,2	52,56	51,04
Co	5,624	5,142	5,65	5,526	5,435	6,084	5,723	5,959	5,93
Cr	37,76	49,51	46,11	42,27	35,9	39,83	37,96	38,31	34,47
Cs	8,753	5,184	4,649	4,385	7,623	8,303	7,539	6,159	6,83
Cu	7,249	7,274	6,353	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	6,179	6,77
Dy	4,966	4,804	4,688	4,995	4,14	4,803	4,984	4,651	4,89
Er	2,883	2,817	2,644	2,789	2,264	2,584	2,716	2,475	2,73
Eu	0,814	0,736	0,781	0,79	0,767	0,809	0,794	0,805	0,79
Ga	18,56	17,33	17,56	17,87	18,29	19,86	19	19,74	19,46
Gd	4,979	4,567	4,882	5,117	4,589	5,297	5,102	4,911	5,06
Ge	1,6	1,425	1,406	1,482	1,4	1,56	1,631	1,582	1,62
Hf	4,741	4,794	4,968	4,821	4,795	5,005	5,233	4,83	5,02
Ho	0,991	0,973	0,922	0,984	0,798	0,903	0,97	0,881	0,96
In	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	0,09
La	24,19	20,75	24,17	24,02	23,49	26,81	25,25	24,48	25,74
Lu	0,452	0,44	0,44	0,448	0,362	0,417	0,388	0,382	0,42
Mo	0,39	0,634	0,635	0,805	0,413	0,464	0,616	0,395	0,55
Nb	7,731	7,713	7,796	7,681	7,686	8,278	7,991	7,94	8,05
Nd	24,74	21,48	25,1	25,08	24,07	27,89	25,87	24,66	25,09
Ni	11,01	8,958	12	11,09	11,03	13,22	12,11	12,24	14,51
Pb	20,5758	20,0428	23,7505	22,1479	19,2438	20,6178	18,5045	20,5671	19,49
Pr	6,364	5,511	6,427	6,404	6,207	7,145	6,655	6,361	6,89
Rb	155,7	139,4	119,3	130,3	154,5	167,7	169,8	152,7	146,90
Sb	0,233	0,137	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.	0,224	0,25
Sm	5,48	4,862	5,482	5,742	5,262	6,067	5,658	5,491	5,47
Sn	4,878	2,06	3,506	2,697	4,758	5,003	4,187	3,531	3,88
Sr	97,14	100,5	108,4	106,8	91,09	95,19	99,97	98,3	101,10
Ta	0,846	0,797	0,683	0,709	0,899	0,969	1,149	0,862	0,85
Tb	0,83	0,762	0,781	0,835	0,729	0,83	0,831	0,783	0,81
Th	8,655	7,828	8,894	8,475	8,183	9,601	9,112	8,495	9,66
Tm	0,445	0,433	0,408	0,422	0,338	0,394	0,389	0,376	0,41
U	4,094	2,438	2,394	2,272	3,191	6,224	4,533	2,462	2,98
V	26,28	25,45	27,32	25,58	25,66	28,38	28,08	26,81	27,29
W	1,526	0,776	0,81	0,829	0,815	0,885	0,847	0,816	0,85
Y	29,04	28,89	26,42	28,2	22,66	26,34	28,48	25,82	28,31
Yb	3,024	2,886	2,879	2,928	2,345	2,676	2,594	2,505	2,74
Zn	55,12	53,29	50,69	52,6	55,41	61,98	58,61	61	60,83
Zr	171,8	163,3	182,6	176	169,9	182,5	187,6	166,4	178,20

Annexe AII-31.

Granits analogues							
(ppm)	QE	A	B	654	SP1	PORRINO	603
As	3,902	1,206	10,95	8,369	6,868	2,13	< L.D.
Ba	550,6	884,9	789,6	536,9	503,6	146,6	928,2
Be	4,813	2,911	3,182	1,479	1,618	3,81	1,437
Bi	0,167	0,239	0,421	< L.D.	0,26	0,256	< L.D.
Cd	< L.D.	0,24	0,216	0,173	0,158	< L.D.	< L.D.
Ce	57,63	168,9	129,5	60,06	46,32	147,8	47,34
Co	5,138	8,601	8,924	18,59	18,96	0,784	2,294
Cr	43,66	39	47,49	48,98	296,4	7,791	23,39
Cs	14,69	6,744	9,357	7,973	5,602	4,456	2,243
Cu	< L.D.	9,56	12,3	50,8	28,74	< L.D.	46,51
Dy	2,306	4,815	3,871	3,781	3,383	5,964	1,645
Er	1,106	2,217	1,632	2,027	1,912	2,705	0,854
Eu	0,933	1,525	1,371	1,164	0,839	0,437	0,678
Ga	19,78	23,57	24,21	17,72	15,44	21,19	17,12
Gd	3,152	7,033	5,978	4,49	3,54	8,287	2,116
Ge	1,272	1,529	1,579	1,303	1,468	1,437	1,128
Hf	3,453	7,431	6,266	4,958	4,206	5,129	3,137
Ho	0,396	0,801	0,634	0,72	0,668	1,018	0,296
In	< L.D.	< L.D.	0,108	< L.D.	< L.D.	< L.D.	< L.D.
La	29,58	78,83	61,44	29,12	23,8	69,65	25,31
Lu	0,168	0,291	0,214	0,309	0,303	0,353	0,149
Mo	0,633	0,721	0,599	2,378	1,212	1,774	0,401
Nb	7,611	14,26	15,06	8,588	9,912	14,39	6,57
Nd	23,02	72,14	55,39	26,85	18,95	62,41	18,1
Ni	12,44	11,32	17,53	22,14	86,94	< L.D.	51,76
Pb	33,2608	29,9431	28,9242	17,0716	17,1307	26,0056	22,1363
Pr	6,442	19,77	15,15	7,036	5,166	17,15	5,151
Rb	167,7	204,2	231,8	127,4	114,2	223,4	97,87
Sb	0,339	< L.D.	< L.D.	0,773	0,617	0,1	< L.D.
Sm	4,283	11,54	9,161	5,362	3,857	11,66	2,991
Sn	6,732	3,275	5,952	1,779	2,828	4,698	0,938
Sr	309,3	386,1	283	457,3	132	26,08	545,2
Ta	1,052	1,13	1,436	0,836	0,96	1,073	0,73
Tb	0,445	0,942	0,791	0,674	0,566	1,15	0,302
Th	13,85	37,13	25,25	22,48	9,671	23,73	8,886
Tm	0,161	0,296	0,221	0,301	0,293	0,381	0,133
U	7,934	6,063	7,044	7,176	2,802	5,154	1,878
V	30,76	53,87	52,22	145,9	127,4	1,588	15,42
W	0,843	0,79	1,947	2,069	0,69	0,361	< L.D.
Y	12,14	23,85	18,69	21,51	19,86	27,94	9,725
Yb	1,129	1,915	1,433	2,043	2,019	2,393	0,975
Zn	42,91	89,43	86,8	81,1	56,1	47,81	89,43
Zr	122,2	293,8	250,3	193,2	157,2	155,3	111,5

Annexe AII-32.

Echantillons erratiques de granits

(ppm)	LOUV	PLT	LGOTBE	LALS	SAG4	P1
As	12,29	8,336	5,767	4,903	4,75	2,861
Ba	672,6	687,5	708,7	586,5	138,4	737
Be	2,478	1,899	2,278	2,397	6,591	6,836
Bi	0,15	0,231	0,124	< L.D.	< L.D.	< L.D.
Cd	0,266	0,267	0,22	0,185	0,132	0,152
Ce	66,96	68,32	68,19	57,59	197,9	188,9
Co	7,889	10,73	7,541	5,818	0,855	3,624
Cr	49,29	60,63	53,75	46,11	15,93	20,32
Cs	8,599	7,227	7,667	7,934	5,268	6,52
Cu	13,73	20,99	14,07	6,496	< L.D.	< L.D.
Dy	5,987	5,074	6,092	5,223	2,939	3,427
Er	3,379	2,556	3,473	2,903	1,25	1,532
Eu	1,056	1,144	0,998	0,828	1,074	1,406
Ga	20,47	20,83	20,52	19,15	20,85	23,7
Gd	6,233	5,852	6,361	5,394	5,246	5,353
Ge	1,533	1,636	1,561	1,619	1,457	1,331
Hf	6,035	5,652	5,881	4,898	4,745	7,458
Ho	1,185	0,945	1,213	1,024	0,454	0,567
In	0,128	< L.D.	0,115	0,12	< L.D.	< L.D.
La	32,39	33,95	33,18	27,86	98,26	106,7
Lu	0,505	0,375	0,518	0,433	0,165	0,212
Mo	0,646	0,645	0,713	0,812	0,372	0,806
Nb	9,926	10,45	9,785	8,096	13,32	20,42
Nd	31,39	31,87	32,34	27,28	68,68	60,96
Ni	14,48	22,41	14,12	12,3	< L.D.	8,117
Pb	20,5172	19,5942	20,3513	19,4836	34,2397	25,1239
Pr	8,137	8,271	8,312	7,027	21,12	19,16
Rb	141,1	131,7	138,9	168,7	271,9	230,2
Sb	0,204	0,375	0,132	0,146	0,242	< L.D.
Sm	6,758	6,7	6,995	6,032	10,33	8,698
Sn	4,42	3,382	3,9	4,07	1,358	2,682
Sr	128,6	140,3	121,9	109,3	85,76	319,6
Ta	0,96	0,975	0,891	0,949	1,025	1,316
Tb	0,994	0,892	1,023	0,87	0,653	0,711
Th	11,19	11,09	11,81	10,34	119,1	64,41
Tm	0,508	0,372	0,518	0,435	0,165	0,22
U	4,035	2,849	3,785	4,021	13,11	6,319
V	47,62	72,93	43,27	28,35	2,757	24,59
W	1,11	1,404	0,954	1,02	0,316	0,456
Y	35,19	27,61	36,02	30,02	12,96	16,36
Yb	3,393	2,467	3,495	2,946	1,104	1,419
Zn	74,23	90,84	72,12	66,79	18,32	40
Zr	227,4	209,6	216,6	176,4	140	274,9

Annexe AII-33.

Ensemble des tableaux récapitulatifs des analyses géochimiques en éléments en traces de chaque pierre de construction de type granit étudiée. Les lettres a et b correspondent au double quartage (a le premier quartage et b le deuxième quartage).

2.3. La géochimie isotopique radiogénique

Les analyses isotopiques en Strontium (Sr) et Samarium-Néodyme (Sm-Nd) ont été effectuées à partir de 100 mg de poudres de roches (mêmes poudres utilisées en géochimie élémentaire) en utilisant un Spectromètre de masse Finningan MAT-262 collecteur-7 au sein de Géosciences Rennes. La poudre est pesée précisément (généralement 100mg) dans des béchers en téflon. Pour un calcul précis des teneurs en Sr, Sm et Nd par spectrométrie de masse, on « dope » le prélèvement avec une quantité précise d'une solution de concentration connue contenant un des isotopes de l'élément à analyser, il s'agit du « spike ». La poudre est ensuite dissoute à l'aide de 3 attaques chimiques acides successives de 48h à 90°C, les 2 premières attaques utilisent un mélange d'acides distillés et concentrés HF/HNO₃ (2/3-1/3), la 3ème avec de l'HCl 6N distillé; à la fin de chaque attaque l'échantillon est séché sur plaque chauffante. Le résidu, repris avec de l'HCl 2,5N, est chargé sur une colonne échangeuse d'ions contenant une résine cationique (de type AG50W-X8) pour une séparation du Sr et des Terres Rares (T.R.) par chromatographie. La fraction Sr, séchée sur plaque chauffante, est prête pour l'analyse au spectromètre de masse ; Le Nd et le Sm contenus dans la fraction T.R. sont séparés à l'aide d'une autre colonne échangeuse d'ion de type Ln Spec (marque Eichrom), les 2 fractions séchées de Nd et Sm peuvent ensuite passer en spectrométrie. Lors de l'analyse au spectromètre de masse des blanks d'analyses sont effectués en routine pour contrôler la « propreté » de la chimie en amont ; on effectue également l'analyse de solutions de standards internationaux pour contrôler et corriger la valeur des rapports isotopiques recherchés. Lors de la séance d'analyse, les mesures de la norme AMES Nd a donné un ratio moyen $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ 0.511957 ± 3 (n = 18), et les analyses du standard de Sr NBS-987 ont donné un ratio $^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$ moyen de $0,710183 \pm 10$ (n = 18). Pour les analyses des roches sédimentaires, les mesures de la norme AMES Nd ont donné un rapport moyen $^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$ de 0,511945. Les valeurs des « Blancs » pour Nd and Sr étaient inférieures à 300 pg. Les valeurs des blancs pour Nd et Sr étaient <300 pg et aucune correction n'a été faite aux ratios isotopiques mesurés. Les incertitudes analytiques et les variations relatives (calculées à partir des écarts-types des 5 échantillons ; Annexes AII-35-40) correspondant à la variation intrinsèque à l'échelle d'un échantillon sont données dans l'Annexe AII-34 (cf. partie 5.1 de l'article du Chapitre 3).

Dans le cas des comparaisons géochimiques, l'incertitude totale rattachée à chaque rapport isotopique est la somme de ces deux incertitudes (Annexe AII-34).

	Variables	Incertitudes analytiques	Variations maximum observées sur poudres
Données	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	1,64E-03	1,23E-03
Isotopiques	$^{143}\text{Nd}/^{144}\text{Nd}$	1,17E-03	9,76E-04

Annexe AII-34 : Tableau récapitulatif des erreurs analytiques et des erreurs calculées d'après le double quartage de 5 échantillons des analyses géochimiques isotopiques.

2.4. Tableaux de résultats de l'analyse géochimique isotopique

Granit SilverStar du Tarn

N°échantillon	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	erreur	$^{143}\text{Nd} / ^{144}\text{Nd}$	erreur
PLO1.1	0,7263179	1,00E-05	0,51221387	5,00E-06
PLO1.2	0,72545074	1,10E-05	0,51221399	5,00E-06
PLO1.3	0,72461459	1,00E-05	0,51221506	4,00E-06
PLO2.1	0,72622276	1,00E-05	0,51221199	6,00E-06
PLO2.2	0,72647632	1,00E-05	0,51220257	5,00E-06
PLO3.1	0,72606568	1,00E-05	0,51220761	5,00E-06
PLO3.2	0,72454477	9,00E-06	0,51220157	5,00E-06
PLO3.3	0,7259047	1,10E-05	0,51221073	6,00E-06

Annexe AII-35.

Granit rose de La Clarté

N°échantillon	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	erreur	$^{143}\text{Nd} / ^{144}\text{Nd}$	erreur
BGP 1.1	0,74342	9,00E-06	0,51225	5,00E-06
BGP 1.2.a	0,74228	9,00E-06	0,51226	5,00E-06
BGP 1.2.b	0,74209	1,00E-05	0,51226	5,00E-06
LCH 2.1	0,74706	1,00E-05	0,51229	4,00E-06
LCH 2.2.	0,74510	1,00E-05	0,51227	5,00E-06
SAG1 1.1.	0,74517	9,00E-06	0,51228	5,00E-06
SAG1 1.2	0,74382	1,10E-05	0,51227	4,00E-06
SAG4 1.1.	0,74642	9,00E-06	0,51226	5,00E-06
SAG4 2.1.a	0,74832	1,00E-05	0,51228	4,00E-06
SAG4 2.1.b	0,74913	1,00E-05	0,51227	5,00E-06

Annexe AII-36.

Granit gris bleu de Louvigné

N°échantillon	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	erreur	$^{143}\text{Nd} / ^{144}\text{Nd}$	erreur
LG 1.1	0,73340	9,00E-06	0,51215	5,00E-06
LG 2.1	0,73240	1,10E-05	0,51214	5,00E-06
LG4.1.	0,73124	1,20E-05	0,51214	5,00E-06
LR 1.1	0,73050	9,00E-06	0,51216	4,00E-06
LR 1.2	0,72989	9,00E-06	0,51215	5,00E-06
LR 2.2	0,73236	9,00E-06	0,51216	4,00E-06
LR 4.1	0,73119	9,00E-06	0,51217	5,00E-06
LGOT 1.1	0,73463	1,00E-05	0,51219	4,00E-06
LGOT1.1.C	0,73344	1,10E-05	0,51213	4,00E-06
LGOT1.1.Bis	0,73515	9,00E-06	0,51215	5,00E-06
LGOT 1.2	0,73286	1,00E-05	0,51217	5,00E-06
LGOT1.2.C	0,73526	1,10E-05	0,51215	4,00E-06
LGOT1.3.H	0,73523	1,00E-05	0,51213	6,00E-06
LGOT1.3.B	0,73423	1,00E-05	0,51217	5,00E-06
LRB 1.1.	0,73073	1,00E-05	0,51214	5,00E-06
LRB1.2.	0,73139	1,10E-05	0,51213	6,00E-06
LRBN 1.1.a	0,73395	1,10E-05	0,51214	4,00E-06
LRBN 1.1.b	0,73488	8,00E-06	0,51214	4,00E-06
LRBN 1.2.a	0,73418	1,00E-05	0,51215	4,00E-06
LRBN 1.2.b	0,73361	9,00E-06	0,51213	5,00E-06

Annexe AII-37.

Granit bleu de Lanhélin

N°échantillon	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	erreur	$^{143}\text{Nd} / ^{144}\text{Nd}$	erreur
LAH 1.1.	0,74152	9,00E-06	0,51216	5,00E-06
LAH1.3.	0,73769	8,00E-06	0,51218	4,00E-06
LAH 1.4	0,73077	8,00E-06	0,51218	5,00E-06
LAH 2.1	0,73374	8,00E-06	0,51218	4,00E-06
LALS 1.1.a	0,74369	9,00E-06	0,51220	5,00E-06
LALS 1.1.b	0,74514	8,00E-06	0,51217	5,00E-06
LALS 3.1.2	0,74338	8,00E-06	0,51216	4,00E-06
LAGOT 1.1.	0,74031	1,00E-05	0,51217	5,00E-06
LAGOT1.2	0,73941	8,00E-06	0,51217	5,00E-06

Annexe AII-38.

Granits analogues

N°échantillon	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	erreur	$^{143}\text{Nd} / ^{144}\text{Nd}$	erreur
QE	0,71290	9,00E-06	0,51232	5,00E-06
A	0,71437	1,10E-05	0,51209	4,00E-06
B	0,71889	1,00E-05	0,51212	4,00E-06
654	0,70709	9,00E-06	0,51246	5,00E-06
SP1	0,71975	1,00E-05	0,51215	5,00E-06
Porriño	0,81525	9,00E-06	0,51238	4,00E-06
603	0,70649	9,00E-06	0,51243	4,00E-06

Annexe AII-39.

Echantillons erratiques de granits

N° Echantillons	$^{87}\text{Sr}/^{86}\text{Sr}$	erreur	$^{143}\text{Nd} / ^{144}\text{Nd}$	erreur
LOUV	0,73288	1,00E-05	0,51214	6,00E-06
LGOTBE	0,73379	1,10E-05	0,51217	6,00E-06
PLT	0,72999	9,00E-06	0,51211	6,00E-06
LALS	0,73885	8,00E-06	0,51217	5,00E-06
SAG4	0,74693	9,00E-06	0,51225	6,00E-06
P1	0,71487	1,00E-05	0,51228	4,00E-06

Annexe AII-40.

2.5. La géochimie des isotopes stables des calcaires

Les analyses des isotopes stables ont été effectuées au laboratoire des isotopes stables de Géosciences Rennes. Environ 10 mg de poudre a réagi avec H_3PO_4 anhydre à $50,0^\circ\text{C}$. Les analyses isotopiques ont été effectuées sur un spectromètre de masse triple collecteur VG-SIRA 10 et les compositions isotopiques sont écrites selon la notation δ par rapport au SMOW pour $\delta^{18}\text{O}$ et au PDB pour $\delta^{13}\text{C}$. Les mesures isotopiques ont été normalisées en utilisant des analyses répétées de standards interne PROLABO et internationale NBS 19 de calcaire. Avec l'ensemble de l'analyse de 5 duplicata, nous avons estimé l'incertitude sur les compositions isotopiques de $\pm 0,1 \text{ ‰}$ et $0,15 \text{ ‰}$ pour $\delta^{13}\text{C}$ et $\delta^{18}\text{O}$, respectivement.

Principe des isotopes stables :

Le but de l'analyse en isotopes stables est de déterminer la valeur du $\delta^{18}\text{O}$ et du $\delta^{13}\text{C}$ présent dans la calcite CaCO_3 . Ces deux valeurs sont déterminées grâce au dégazement du CO_2 dans la réaction : $3\text{CaCO}_3 + 2\text{H}_3\text{PO}_4 = 3\text{CO}_2 + 3\text{H}_2\text{O} + \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$ (McCrae, 1950)

Le carbonate de calcium CaCO_3 se retrouve intégralement dans le CO_2 . Le $\delta^{13}\text{C}$ du CO_2 est équivalent à celui de la calcite (3 atomes de carbone comptabilisés de part et d'autre de la formule de réaction). Par contre, le $\delta^{18}\text{O}$ du CO_2 est différent de celui de la calcite (9 atomes d'oxygène comptabilisés dans la calcite et présents dans la formule de réaction pour 6 atomes comptabilisés dans le CO_2). Donc, cela veut dire qu'il existe un fractionnement isotopique, expliqué par un coefficient de fractionnement noté : $\alpha_{\text{CO}_2-\text{CaCO}_3}^{18\text{O}}$. Ce coefficient est fonction de la température de réaction. Cette fonction est une relation connue :

$$\alpha_{\text{CO}_2-\text{CaCO}_3}^{18\text{O}} = 1,009306 \quad \text{à } T = 50^\circ\text{C}$$

Or, ce coefficient est aussi égal à :

$$\alpha_{CO_2-CaCO_3}^{18O} = \frac{\frac{18O}{16O} CO_2}{\frac{18O}{16O} CaCO_3} = 1,009306$$

De plus,

$$\delta_{CO_2}^{18O} = \left(\frac{\frac{18O}{16O} CO_2}{\frac{18O}{16O} SMOW} - 1 \right) \times 10^3$$

Et,

$$\delta_{CaCO_3}^{18O} = \left(\frac{\frac{18O}{16O} CaCO_3}{\frac{18O}{16O} SMOW} - 1 \right) \times 10^3$$

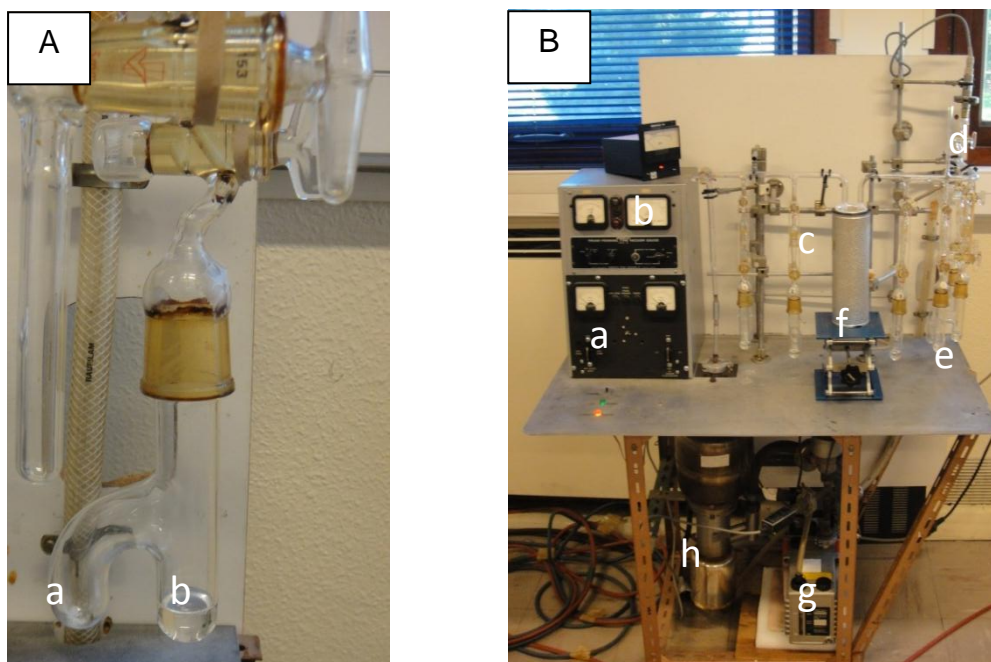
Donc, nous pouvons retrouver la valeur du δ^{18O}_O de la calcite qui sera fonction de :

$$\delta_{CaCO_3}^{18O} = f(\delta_{CO_2}^{18O} ; \alpha_{CO_2-CaCO_3}^{18O}) \text{ à } T = 50^\circ C$$

Procédure analytique complète :

- Extraction du CO_2 :

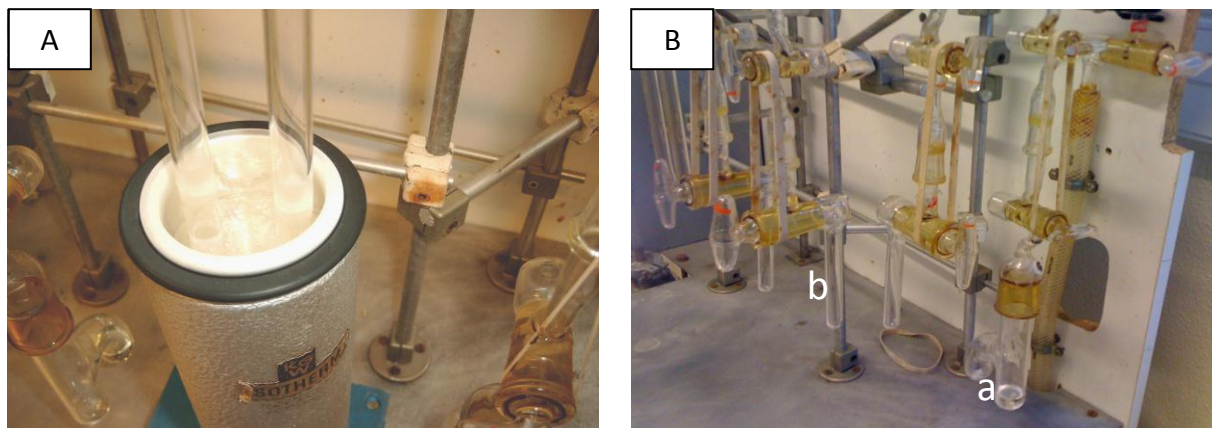
Les réacteurs (Annexe AII-41A) chargés en poudre (10 à 12 mg) et en acide phosphorique anhydre (5 mL) dans des compartiments séparés, doivent être tout au long de la manipulation sous vide (McCrae, 1950 ; Coplen et al., 1983). On utilise pour cela une ligne d'extraction des carbonates (Annexe AII-41B) connectée à une pompe à palette pour créer le vide primaire (10^{-3} mbar ; système de palettes tournant et chassant l'air à Pression Atmosphérique) et d'une pompe à diffusion pour obtenir un meilleur vide, l'ultravide (10^{-9} mbar ; pompe à huile chauffée qui se vaporise et monte pour ensuite condenser et redescendre entraînant les molécules d'air avec elle).



Annexe AII-41 : (A) Réacteur rempli en a de 10-12 mg de poudre de calcaires et en b de 5mL d'acide phosphorique anhydre. (B) Ligne d'extraction des carbonates : a-station d'allumage, b-lecteur de pression, c-ligne d'extraction des carbonates, d-jauge de pression, e-réacteurs mis en place sur la ligne, f-deware rempli d'azote liquide, g-pompe primaire à palettes et h-pompe secondaire à diffusion.

Cette manipulation dure environ 6h afin d'obtenir le vide suffisant. Sur la ligne d'extraction, le tube de verre prend la forme de U. A cet endroit précis, un deware (thermos ouvert) rempli d'azote liquide est positionné de façon à ce que le tube de verre en U soit plongé à l'intérieur (Annexe AII-41B). Cette manipulation dure environ 1 heure. De cette façon, le CO_2 libéré lors de la réaction $3\text{CaCO}_3 + 2\text{H}_3\text{PO}_4$ n'est pas contaminé par des gaz environnants. La propreté des gaz libéré dépend de la qualité du vide. Ensuite, les réacteurs ainsi sous vide sont placés dans un bain marie à une température de 50°C pendant 2 heures (Al-Aasm et al., 1990). La réaction entre poudre et acide phosphorique anhydre peut avoir lieu, une fois que la température est homogénéisée. Le tube de réaction est alors penché afin de libérer l'acide sur la poudre d'échantillons, libérant ainsi le CO_2 , comme décrit précédemment et d'après la formule de réaction : $3\text{CaCO}_3 + 2\text{H}_3\text{PO}_4 = 3\text{CO}_2 + 3\text{H}_2\text{O} + \text{Ca}_3(\text{PO}_4)_2$. Les réacteurs restent alors ici dans le bain marie à 50°C pendant 24 heures (Al-Aasm et al., 1990). Le CO_2 ainsi libéré, nous devons le récupérer pour pouvoir l'analyser au spectromètre de masse. Pour cela, le réacteur contenant le CO_2 est rattaché à la ligne d'extraction manuelle des carbonates. Ce CO_2 est piégé sous forme d'anneau de neige carbonique grâce à l'azote liquide (Annexe AII-42A). Les gaz résiduels sont quant à eux pompés. Le CO_2 est ensuite purifié par un bain d'éthanol –appelé aussi alcool fondant- à -80°C . Les gaz parasites se condensent dans cet

alcool et le CO_2 peut finalement être récupéré dans un tube porte-échantillon (Annexe AII-42B).

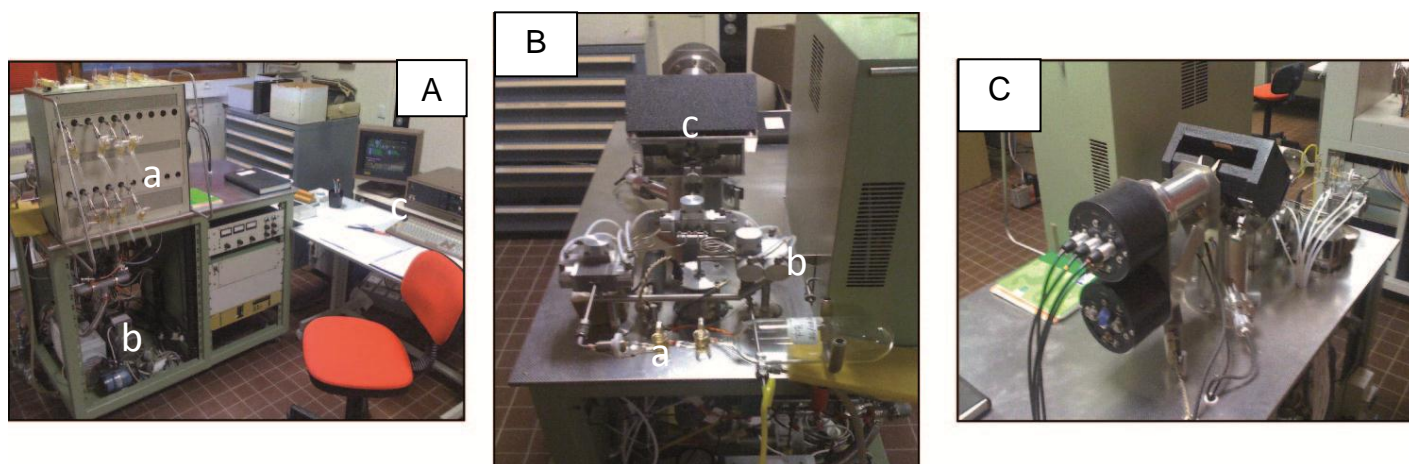


Annexe AII-42 : (A) Anneau de neige carbonique obtenu grâce à l'azote liquide. (B) Ligne d'extraction des carbonates, a-réacteur rempli de CO_2 et b-tube porte-échantillon où le CO_2 sera entièrement piégé. Il y a transfert du CO_2 du réacteur au tube porte-échantillon grâce à la ligne d'extraction, toute cette opération est effectuée sous vide. Ce tube servira pour l'analyse du CO_2 au spectromètre de masse.

- Analyse du CO_2 :

Les analyses isotopiques ont été effectuées sur ce CO_2 gazeux à l'aide d'un spectromètre de masse VG SIRA 10 (Annexe AII-43A) en utilisant le standard international NBS 19. Les ampoules de CO_2 sont chargées sur le spectromètre de masse fonctionnant aussi sous vide (deux pompes primaires et secondaires ; Annexe AII-43A). La circulation des molécules chargées n'est possible que dans un ultravide, car une interaction avec d'autres molécules leur ferait perdre leur charge. Et d'autre part, un mauvais vide ne garantit pas l'absence d'autres molécules de masse identique à celles étudiées. Il existe deux lignes d'introduction identiques en parallèles, l'un rejoint le gaz de référence (PR19) et l'autre concerne les gaz des calcaires (Annexe AII-43B). Le gaz de référence et le gaz de nos échantillons sont tour à tour injectés dans une source où un filament porté à haute température y produit des électrons. Ceux-ci soumis à une différence de potentiels traversent la source et ionisent le gaz. L'ionisation du gaz est nécessaire car la séparation des isotopes dans le spectromètre de masse repose sur les propriétés physiques des molécules chargées positivement. Ces gaz vont être compressés et décompressés dans un bellow afin de régler la tension d'accélération des ions à $6 \cdot 10^{-9}$ V. Les molécules ionisées seront donc accélérées par un fort potentiel électrique U. Les molécules sont ensuite déviées de leur trajectoire rectiligne lors de leur passage dans un champ magnétique créé par un aimant. Elles suivent alors une trajectoire circulaire. Les particules sont d'autant déviées qu'elles sont légères. Plusieurs faisceaux sont donc créés. Les molécules

sont collectées dans des cages de Faraday créant un courant électrique (Annexe AII-43C). Ce courant est ensuite amplifié et traduit en tension électrique et enfin mesuré par un voltmètre. Le signal électrique I transmis par les collecteurs est directement proportionnel en intensité à la quantité de molécules de CO_2 reçues. Le collecteur principal récolte la molécule la plus abondante. Son courant de sortie est I_1 . Le collecteur secondaire ramasse la molécule la moins abondante ; son courant de sortie est I_2 . Chaque cage de Faraday est préalablement paramétrée pour accueillir des molécules de masse précise. Ainsi, les cages correspondent à la masse 46 (^{12}C , ^{16}O et ^{18}O) ; 45 (^{13}C , ^{16}O et ^{16}O) et 44 (^{12}C , ^{16}O et ^{16}O). On obtient alors les compositions isotopiques en faisant les rapports d'intensité tels que $I_2/I_1 = I_{45}/I_{44} = ^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ($\delta^{13}\text{C}$) et $I_3/I_1 = I_{46}/I_{44} = ^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ ($\delta^{18}\text{O}$). Les résultats de $\delta^{18}\text{O}$ et en $\delta^{13}\text{C}$ des échantillons sont directement donnés par l'ordinateur de mesure. Il ne reste plus qu'à les corriger avant de les traiter.

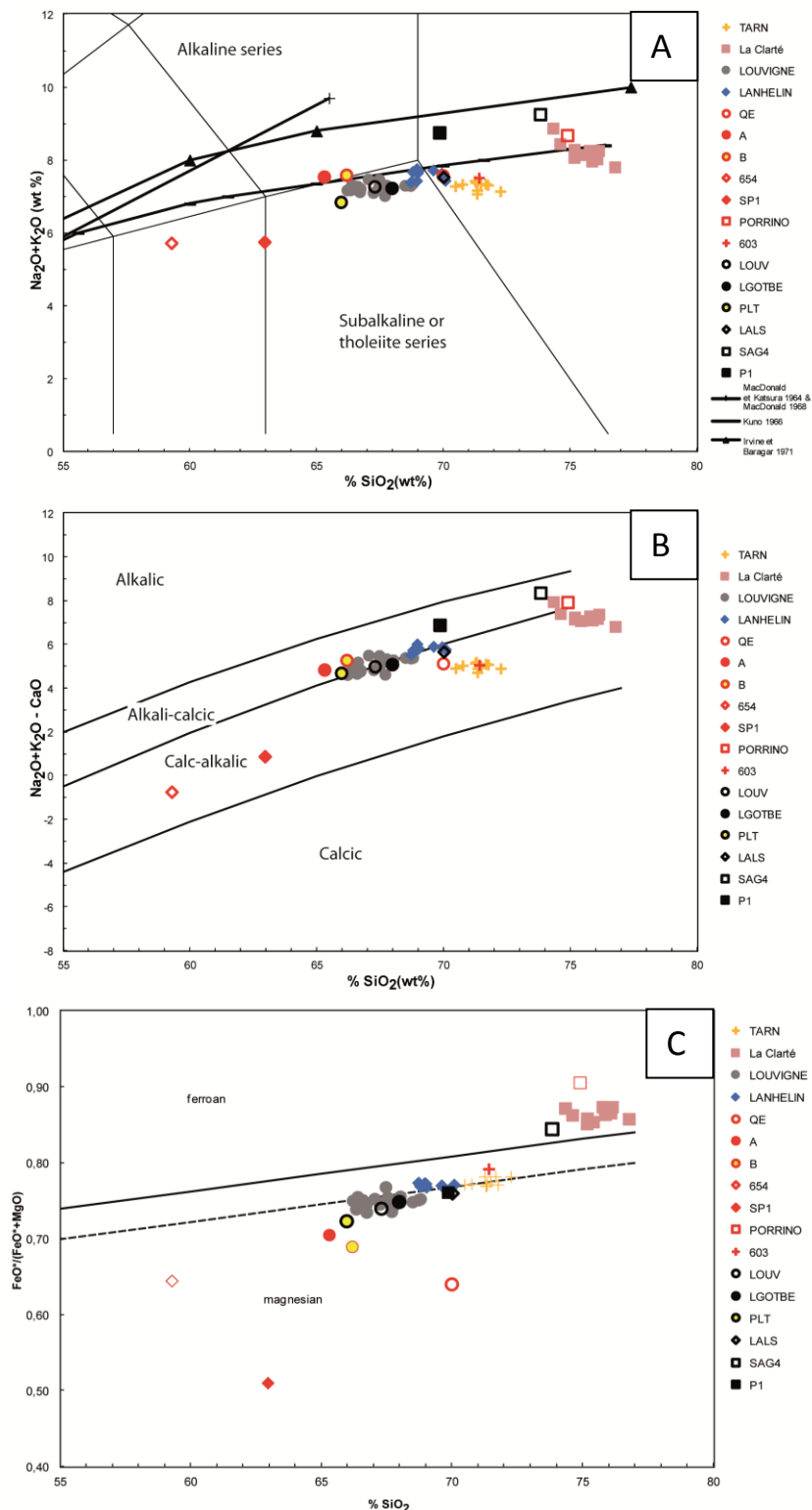


Annexe AII-43 : (A) Spectromètre de masse VG SIRA 10, a- Manifold à tube porte-échantillons, b- Pompes primaires et secondaires, c- panneau de contrôle et d- ordinateur de contrôle et imprimante. (B) 2 Lignes d'introduction des gaz, a- ligne remplie du gaz de référence, b- ligne remplie du CO_2 initialement mis dans le tube porte-échantillon et c- aimant dont le champ magnétique dévie les molécules de leur trajectoire rectiligne. (C) Collecteurs récoltant les trois masses intéressantes : 46 (^{12}C , ^{16}O et ^{18}O) ; 45 (^{13}C , ^{16}O et ^{16}O) et 44 (^{12}C , ^{16}O et ^{16}O). On obtient alors les compositions isotopiques en faisant les rapports d'intensité tels que $I_2/I_1 = I_{45}/I_{44} = ^{13}\text{C}/^{12}\text{C}$ ($\delta^{13}\text{C}$) et $I_3/I_1 = I_{46}/I_{44} = ^{18}\text{O}/^{16}\text{O}$ ($\delta^{18}\text{O}$).

2.6. Tableau des résultats des isotopes stables des calcaires (Annexe AII-44)

Echantillons	Isotopes stables	
	$\delta^{13}\text{C}$ (‰ PDB)	$\delta^{18}\text{O}$ (‰ SMOW)
ROC14	2,04	26,4
ROC15a	2,06	26,3
ROC15b	2,11	26,6
ROCB1(*)	2,17	27,2
ROC2	2,14	26,9
ROC3	2,16	27,1
ROC4.5	2,15	27,1
PBG3C/2	1,88	27,1
PBGA1	1,84	26,9
PB1.2	1,97	27,6
PB3.5(*)	2,14	27,2
PB5	2,07	26,8
PB6	2,08	26,7
PB7	1,49	26,8
PB8(*)	1,75	26,5
PB9.1	1,97	26,8
PB9.2	2,18	26,9
SETPG2	1,36	27,0
SETPG1	0,72	27,1
SETP1	1,30	27,2
SETP2	2,00	27,0
SETP17	1,80	26,8
SETP3(*)	2,11	26,9
SETP18	2,25	26,6
SETP19(*)	1,14	26,1
SETP6a	1,51	24,7
SETP6b	1,33	24,9
SETP6c	1,52	26,4
SETP6d(*)	-1,24	24,6
SETP20	1,57	26,4
SETP21	1,24	25,4
CMB10c	1,84	26,6
CMB10b	2,04	26,8
CMB10a	1,72	27,2
CMB8.9	1,87	27,7
CMBBvb(*)	2,10	27,1
CMBBva	2,00	27,2
CMB7	1,42	26,0
CMBB5b	2,21	26,6
CMBB5a(*)	1,64	26,8
CMB6.4	2,00	26,2
VATC(*)	-0,40	26,5
A(*)	0,41	26,4
B(*)	-1,43	26,5
F(*)	-1,55	26,2

2.7. Compléments analytiques (Annexe AII-45)



Annexe AII-45 : (A) Subdivisions des champs alcalins and sub-alcalins (tholéitiques) sur un diagramme Somme des alcalins versus Silice (MacDonald et Katsura, 1964 ; Kuno, 1966 ; MacDonald, 1968 ; Irvine et Baragar, 1971). Diagramme de la nomenclature des roches plutoniques (Rollinson, 1993 ; Le Maitre, 2002), (B) Diagramme $\text{Na}_2\text{O} + \text{K}_2\text{O} - \text{CaO}$ versus SiO_2 montrant les champs alcalin, alcali-calcique, calco-alcalin et calcique (Frost et al., 2001 ; Frost et Frost, 2011), (C) Diagramme $\text{FeO}^{2+}/(\text{FeO}^{2+} + \text{MgO})$ versus SiO_2 délimitant les champs des associations ferrière et magnésienne (Frost et al., 2001 ; Frost et Frost, 2008).

Annexes AIII :
Analyse magnétique

1. L'analyse magnétique

1.1. La préparation des carottes magnétiques

Les échantillons ont été carottés grâce à une foreuse et ont été sciés grâce à une scie diamantée afin d'obtenir des carottes magnétiques cylindriques standards de 2,5 cm de diamètre et de 2 cm de longueur.

1.2. Les propriétés magnétiques

L'Aimantation Rémanente Naturelle (ARN) est l'aimantation naturelle qui persiste en l'absence d'un champ appliqué. Lorsque l'on applique un champ continu croissant à une roche non aimantée au préalable, et que l'on mesure hors champ son aimantation rémanente acquise, appelée Aimantation Rémanente Isotherme (ARI), on obtient une aimantation croissante jusqu'à l'aimantation de saturation (J_{rs}). Le champ nécessaire pour saturer un échantillon, ainsi que l'aimantation de saturation, est variable selon la nature et la taille des grains. La courbe de mesure obtenue est appelée courbe d'acquisition d'ARI, elle donne l'intensité de l'aimantation acquise en fonction de l'intensité du champ appliqué. Si l'on applique ensuite un champ décroissant dans la même direction mais dans le sens opposé, celui-ci va annuler l'aimantation rémanente. L'intensité du champ pour annuler J_{rs} est noté H_{cr} . C'est le champ coercitif rémanent, il est aussi variable selon la nature et la taille des minéraux ferromagnétiques.

Lorsque l'on applique un champ magnétique à une roche, celle-ci répond par une aimantation induite proportionnelle au champ appliqué et dont le facteur de proportionnalité est la susceptibilité magnétique (χ). La susceptibilité magnétique est une mesure physique qui prend en compte l'ensemble des grains de la roche, non seulement la fraction ferromagnétique (qui peut avoir une aimantation rémanente naturelle), mais aussi la matrice qui comprend des minéraux dia- et para-magnétiques (Rq : les antiferromagnétiques peuvent acquérir une aimantation rémanente : parmi les ferromagnétiques au sens large, il existe les ferromagnétiques s.s., les ferrimagnétiques et les antiferromagnétiques). L'anisotropie de susceptibilité magnétique (ASM) est la variation de la susceptibilité dans trois directions en fonction de la direction du champ appliqué.

1.3. Les mesures magnétiques

Les propriétés magnétiques ont été mesurées à Géosciences Rennes. L'ARN a été mesurée à l'aide d'un magnétomètre cryogénique 2G. Les courbes d'acquisition de l'ARI ont été obtenues avec un magnétiseur d'impulsion ASC Scientific pour obtenir l'Aimantation Rémanente à Saturation (J_{rs}) et le Champ Coercitif Rémanent (H_{cr}). La χ a été mesurée à l'aide d'un susceptibilimètre Bartington. L'ASM a été obtenue en utilisant un susceptibilimètre KLY-3 Agico pour obtenir la forme de

l'ellipsoïde d'ASM qui est définie selon trois axes de références K_1 , K_2 and K_3 , par ordre décroissant d'intensité de susceptibilité.

1.4. La variance et l'incertitude des mesures magnétiques

Toute cette partie fait référence à la partie 5.1 de l'article du Chapitre 3. Plusieurs spécimens ont été systématiquement forés dans les échantillons afin d'estimer la variance des propriétés magnétiques à l'échelle de l'échantillon (Annexe AIII-47-52). Les spécimens peuvent être soit différentes carottes dans le même échantillon ou soit différentes portions de la même carotte. Les spécimens avec des enclaves visibles ne sont pas pris en compte.

Les incertitudes absolues sur les mesures des propriétés magnétiques (Annexe AIII-46) dépendent généralement de l'appareillage. Les erreurs analytiques sur les mesures sont de l'ordre de $2 \cdot 10^{-9}$ A/m pour ARN, 10^{-4} SI pour χ , $5,4 \cdot 10^{-11}$ A/m pour Jrs, 1 mT pour Hcr et 0,005 pour les rapports K_1/K_2 et K_2/K_3 . Les propriétés magnétiques varient d'un spécimen à un autre à l'intérieur d'un même échantillon (Annexe AIII-47-52). Les écart-types maximaux des spécimens d'un même échantillon ont été estimés à 0,38 A/m pour ARN, $70,7 \cdot 10^{-5}$ SI pour χ , 6,38 A/m pour Jrs, 110,2 mT pour Hcr et 0,04 pour les rapports K_1/K_2 , 0,06 pour K_2/K_3 et K_1/K_3 (Annexe AIII-46).

Dans le cas des comparaisons magnétiques, l'incertitude totale rattachée à chaque propriété magnétique est la somme de ces deux incertitudes (Annexe AIII-46).

	Variables	Incertitudes analytiques	Variabilité à l'échelle de l'échantillon
Propriétés Magnétiques	ARN	$2 \cdot 10^{-9}$	0,38
	χ	$1 \cdot 10^{-4}$	$70,7 \cdot 10^{-5}$
	Jrs	$5,4 \cdot 10^{-11}$	6,38
	Hcr	1	110
	K_1/K_2	0,005	0,04
	K_2/K_3	0,005	0,06
	K_1/K_3	0,005	0,06

Annexe AIII-46 : Incertitudes associées aux propriétés magnétiques quantitatives.

1.5. Tableaux de résultats de l'analyse magnétique

Annexes AIII : Analyse magnétique

Granit gris SilverStar du Tarn

Echantillons	PLO1.1	PLO1.2	PLO1.3	PLO1.4	PLO2.1	PLO2.2	PLO2.3	PLO3.1	PLO3.2	PLO3.3
Carottes	A	A	A	A	A	A	A	A	A	A
N°	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1
ARN A/m	1,43E-04	4,90E-05	1,24E-04	5,58E-05	4,46E-05	4,37E-05	1,53E-05	8,18E-05	5,82E-05	3,42E-04
χ (10^{-5} Si)	1,85E+01	8,33E+00	1,20E+01	1,11E+01	5,56E+00	1,02E+01	9,26E+00	1,30E+01	1,20E+01	1,11E+01
Jrs (A/m)		1,22E-02		4,87E-02		7,56E-03		3,12E-02		1,02E-02
Hcr (mT)		3,83E+01		3,45E+01		5,89E+01		3,60E+01		4,42E+01
K ₁ /K ₂	1,00E+00		1,01E+00		1,01E+00		1,00E+00		1,02E+00	1,00E+00
K ₂ /K ₃	1,02E+00		1,02E+00		1,02E+00		1,02E+00		1,01E+00	1,03E+00
K ₁ /K ₃	1,02E+00		1,03E+00		1,02E+00		1,02E+00		1,03E+00	1,03E+00

Annexe AIII-47.

Granit rose de La Clarté

Echantillons	BGP1.1			BGP1.2				LCH2.1			LCH2.2		
Carottes	A	A	D	A	A	B	B	D	D	D	B	B	C
N°	1	2	1	1	2	1	2	1	2	3	1	2	1
ARN A/m	5,26E-02	3,56E-02	3,87E-02	3,86E-02	9,32E-02	2,63E-02	4,73E-02	4,81E-02	2,67E-02	4,64E-02	2,22E-02	2,26E-02	2,02E-02
χ (10^{-5} Si)	9,38E+02	6,08E+02	8,02E+02	5,54E+02	9,58E+02	3,68E+02	2,97E+02	5,32E+02	3,93E+02	3,65E+02	1,44E+02	4,03E+02	8,02E+02
Jrs (A/m)	1,51E+01		1,22E+01		1,47E+01	7,60E+00		7,34E+00	4,73E+00	4,72E+00	1,37E+01	5,88E+00	1,13E+01
Hcr (mT)	1,13E+01		1,16E+01		1,18E+01	1,87E+01		1,24E+01	1,25E+01	1,04E+01	3,79E+01	1,20E+01	1,06E+01
K ₁ /K ₂	1,07E+00	1,08E+00	1,07E+00	1,09E+00		1,08E+00	1,05E+00	1,04E+00	1,05E+00	1,09E+00	1,01E+00	1,08E+00	1,02E+00
K ₂ /K ₃	1,12E+00	1,15E+00	1,14E+00	1,11E+00		1,07E+00	1,19E+00	1,11E+00	1,06E+00	1,08E+00	1,14E+00	1,14E+00	1,21E+00
K ₁ /K ₃	1,20E+00	1,24E+00	1,22E+00	1,20E+00		1,15E+00	1,25E+00	1,15E+00	1,12E+00	1,18E+00	1,15E+00	1,23E+00	1,24E+00

Echantillons	SAG1.1.1				SAG1.1.2			SAG4.1.1					SAG4.2.1				
Carottes	A	A	B	B	B	B	D	A	B	B	B	B	C	A	A	B	B
N°	1	2	1	2	1	2	1	2	1	2	3	4	4	1	2	1	2
ARN A/m	3,76E-02	1,31E-02	1,59E-02	1,85E-02	3,05E-02	5,99E-02	2,82E-02	1,73E-02	2,43E-02	6,11E-02	3,47E-02	9,73E-02	5,44E-03	2,88E-02	1,14E-02	2,79E-02	2,85E-02
χ (10 ⁻⁵ Si)	5,90E+02	1,83E+02	2,74E+02	3,60E+02	4,49E+02	7,95E+02	1,21E+03	2,62E+02	6,82E+02	1,01E+03	4,93E+02	1,13E+03	3,26E+02	3,62E+02	2,32E+02	5,53E+02	5,49E+02
Jrs (A/m)			2,41E+00	3,48E+00		9,84E+00	1,24E+01	5,85E+00	3,08E+00						9,76E+00		1,22E+01
Hcr (mT)			1,31E+01	1,23E+01		9,24E+00	8,89E+00	1,35E+01	1,45E+01						3,86E+01		3,11E+01
K ₁ /K ₂	1,02E+00	1,05E+00	1,08E+00	1,05E+00	1,04E+00	1,04E+00	1,12E+00	1,06E+00	1,15E+00	1,07E+00	1,09E+00	1,08E+00	1,06E+00	1,03E+00	1,06E+00	1,08E+00	1,08E+00
K ₂ /K ₃	1,20E+00	1,06E+00	1,08E+00	1,02E+00	1,15E+00	1,21E+00	1,10E+00	1,09E+00	1,09E+00	1,23E+00	1,12E+00	1,06E+00	1,04E+00	1,17E+00	1,15E+00	1,07E+00	1,17E+00
K ₁ /K ₃	1,22E+00	1,11E+00	1,17E+00	1,07E+00	1,19E+00	1,26E+00	1,23E+00	1,16E+00	1,25E+00	1,32E+00	1,21E+00	1,14E+00	1,10E+00	1,21E+00	1,21E+00	1,15E+00	1,26E+00

Annexe AIII-48.

Annexes AIII : Analyse magnétique

Granit gris bleu de Louvigné

Echantillons	LG1.1								LG2.1			LG4.1		
Carottes	A	B	B	B	C	C	C	D	B	B	D	D	D	D
N°	3	1	2	3	1	2	3	1	1	2	1	1	2	3
ARN A/m	3,34E-02	1,07E-02	1,39E-02	2,21E-02	2,01E-02	1,60E-02	1,16E-02	1,23E-02	1,03E-03	1,33E-03	5,72E-04	5,04E-03	1,73E-03	4,33E-03
χ (10^{-5} SI)	3,43E+01	3,15E+01	3,33E+01	3,15E+01	3,61E+01	3,06E+01	3,43E+01	2,87E+01	1,94E+01	2,04E+01	1,76E+01	2,41E+01	2,04E+01	2,22E+01
Jrs (A/m)			1,42E+01		1,52E+01					2,37E-01	1,68E-01	1,59E+00	1,13E+00	2,71E+00
Hcr (mT)			2,14E+01		2,20E+01					2,84E+01	3,47E+01	3,77E+01	3,66E+01	3,45E+01
K ₁ /K ₂	1,00E+00	1,04E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,02E+00
K ₂ /K ₃	1,02E+00	1,03E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00
K ₁ /K ₃	1,03E+00	1,06E+00	1,03E+00	1,05E+00	1,03E+00	1,04E+00	1,04E+00	1,03E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,03E+00

Echantillons	LR1.1			LR1.2			LR2.2				LR4.1		
Carottes	B	C	D	D	D	D	B	B	C	C	A	B	D
N°	1	1	1	1	2	3	1	2	1	2	1	1	1
ARN A/m	6,68E-04	7,43E-04	1,02E-03	1,69E-03	1,71E-03	1,31E-03	6,14E-04	6,69E-04	3,81E-04	5,29E-04	7,44E-03	1,08E-02	9,37E-04
χ (10^{-5} SI)	2,04E+01	2,22E+01	2,13E+01	1,94E+01	2,04E+01	2,22E+01	1,67E+01	2,04E+01	1,94E+01	1,57E+01	2,69E+01	2,59E+01	2,22E+01
Jrs (A/m)	2,59E-01	2,07E-01		1,23E+00	1,27E+00	1,21E+00	1,64E-01			1,72E-01	7,42E+00		1,08E+00
Hcr (mT)	7,29E+01	8,06E+01		8,32E+01	8,47E+01	8,45E+01	8,75E+01			1,21E+02	2,72E+01		1,13E+02
K ₁ /K ₂	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00
K ₂ /K ₃	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00
K ₁ /K ₃	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,02E+00

Echantillons	LGOT1.1			LGOT1.1.C			LGOT1.1.Bis			LGOT1.2		
Carottes	B	C	D	B	C	D	B	D	D	A	B	B
N°	1	1	1	2	2	2	1	1	2	1	1	2
ARN A/m	6,27E-02	4,86E-02	3,43E-02	5,11E-02	3,54E-02	3,88E-02	1,55E-03	7,39E-02	8,75E-01	6,87E-02	8,79E-02	1,01E-01
χ (10^{-5} SI)	2,96E+01	2,96E+01	2,59E+01	2,04E+01	2,59E+01	2,50E+01	1,67E+01	3,33E+01	1,48E+01	1,85E+01	1,94E+01	2,41E+01
Jrs (A/m)	1,01E+01	8,04E+00	7,08E+00	8,48E+00		9,85E+00	9,45E-01	1,43E+01	9,42E-01		5,40E+00	7,96E+00
Hcr (mT)	2,07E+01	2,19E+01	2,18E+01	1,99E+01		2,09E+01	3,83E+01	2,09E+01	4,26E+01		2,91E+01	2,11E+01
K ₁ /K ₂	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,03E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00
K ₂ /K ₃	1,04E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,06E+00	1,04E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00
K ₁ /K ₃	1,06E+00	1,03E+00	1,02E+00	1,05E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,07E+00	1,05E+00	1,03E+00	1,02E+00	1,03E+00

Annexes AIII : Analyse magnétique

Echantillons	LGOT1.2.C				LGOT1.3.H			LGOT1.3.B			LRB1.1		
Carottes	B	C	B	C	B	D	D	B	B	C	A	B	C
N°	1	1	2	2	1	1	2	1	2	2	1	1	1
ARN A/m	5,64E-03	1,29E-02	1,18E-02	8,95E-03	8,42E-02	4,81E-02	9,24E-01	3,18E-03	5,42E-03	6,50E-03	8,19E-03	1,14E-02	1,03E-02
χ (10^{-5} SI)	2,50E+01	2,59E+01	2,41E+01	2,32E+01	2,22E+01	2,13E+01	1,94E+01	2,04E+01	2,50E+01	2,41E+01	2,69E+01	2,32E+01	2,32E+01
Jrs (A/m)		7,35E+00	8,19E+00		5,47E+00	3,16E+00	9,98E-01		4,27E+00	3,43E+00	5,51E+00	4,90E+00	
Hcr (mT)		2,28E+01	2,42E+01		3,11E+01	3,56E+01	2,13E+01		3,59E+01	3,06E+01	2,51E+02	3,07E+01	
K_1/K_2	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00
K_2/K_3	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,05E+00	1,00E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00
K_1/K_3	1,02E+00	1,03E+00	1,04E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,07E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,03E+00

Echantillons	LRB1.2						LRBN1.1						LRBN1.2			
Carottes	B	B	C	D	D	D	B	B	B	C	C	C	B	B	B	C
N°	1	2	2	1	2	3	1	2	3	1	2	3	1	2	3	2
ARN A/m	1,98E-03	7,86E-04	2,38E-03	1,02E-03	1,15E-03	2,04E-03	1,15E-03	9,05E-04	1,32E-03	1,30E-03	1,16E-03	1,49E-03	8,38E-04	4,03E-04	1,14E-03	8,16E-04
χ (10^{-5} SI)	2,32E+01	2,32E+01	2,13E+01	2,22E+01	2,13E+01	2,04E+01	1,85E+01	1,76E+01	1,76E+01	1,67E+01	1,94E+01	2,04E+01	1,67E+01	1,67E+01	1,57E+01	1,94E+01
Jrs (A/m)				1,32E+00	1,44E+00	1,24E+00				2,00E-01	1,50E-01		1,30E-01			2,14E-01
Hcr (mT)				7,45E+01	7,81E+01	7,26E+01				3,00E+01	3,38E+01		2,85E+01			3,62E+01
K_1/K_2	1,01E+00	1,00E+00	1,00E+00				1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00
K_2/K_3	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00				1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00
K_1/K_3	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00				1,02E+00	1,03E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00

Annexe AIII-49.

Annexes AIII : Analyse magnétique

Granit bleu de Lanhélin

Echantillons	LAH1.1			LAH1.3			LAH1.4			LAH2.1			LALS1.1		
Carottes	C	C	D	B	B	B	B	B	D	D	D	D	B	B	D
N°	1	2	1	1	2	3	1	2	1	1	2	3	1	2	1
ARN A/m	5,01E-04	2,15E-03	1,11E-02	6,02E-04	4,77E-04	2,78E-04	5,13E-03	4,27E-04	4,56E-04	5,11E-03	7,73E-03	1,90E-03	1,70E-02	1,14E-02	6,78E-04
χ (10^{-5} Si)	1,76E+01	1,67E+01	1,85E+01	1,30E+01	1,39E+01	1,39E+01	1,57E+01	1,60E+01	1,48E+01	1,76E+01	1,85E+01	1,67E+01	1,90E+01	2,04E+01	1,67E+01
Jrs (A/m)	1,27E-01		2,44E+00		2,32E-01	4,41E-02		5,41E-02	5,77E-02	1,42E+00	1,78E+00	1,57E+00		2,98E+00	7,88E-01
Hcr (mT)	3,60E+01		2,22E+01		2,87E+01	4,04E+01		3,55E+01	3,44E+01	2,30E+01	2,20E+01	2,27E+01		1,88E+01	2,76E+01
K ₁ /K ₂	1,04E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,04E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,04E+00	1,02E+00
K ₂ /K ₃	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00
K ₁ /K ₃	1,05E+00	1,03E+00	1,04E+00	1,04E+00	1,05E+00	1,05E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,04E+00	1,04E+00	1,04E+00	1,05E+00	1,05E+00	1,06E+00	1,03E+00

Echantillons	LALS3.1.2				LAGOT1.1			LAGOT1.2	
Carottes	B	B	C	C	B	C	D	D	D
N°	1	2	1	2	1	1	1	1	2
ARN A/m	7,90E-04	4,14E-04	5,12E-04	1,04E-03	1,50E-04	2,02E-03	1,55E-02	4,95E-03	7,84E-03
χ (10^{-5} Si)	1,76E+01	1,67E+01	2,13E+01	3,24E+01	2,00E+01	1,91E+01	1,48E+01	1,57E+01	1,48E+01
Jrs (A/m)	4,54E-02		5,59E-02	1,31E-01		1,63E-01	2,15E+00	1,76E+00	1,32E+00
Hcr (mT)	3,64E+01		3,34E+01	2,64E+01		3,78E+01	2,92E+01	3,06E+01	3,52E+01
K ₁ /K ₂	1,03E+00	1,04E+00	1,02E+00	1,04E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,03E+00
K ₂ /K ₃	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,04E+00	1,01E+00
K ₁ /K ₃	1,04E+00	1,05E+00	1,04E+00	1,06E+00	1,03E+00	1,06E+00	1,05E+00	1,07E+00	1,04E+00

Annexe AIII-50.

Annexes AIII : Analyse magnétique

Granits analogues

Echantillons	QE										A		
Carottes	B	B	B	B	B	B	C	C	C	C	A	A	D
N°	1	2	3	7	8	1	2	3	6	7	1	2	1
ARN A/m	1,59E-03	1,81E-03	1,65E-03	1,84E-03	1,75E-03	1,60E-03	1,75E-03	1,65E-03	1,80E-03	1,77E-03	2,69E-03	4,16E-03	4,47E-03
χ (10^{-5} SI)	1,20E+01	8,33E+00	1,02E+01	9,26E+00	2,30E+01	1,11E+01	1,11E+01	9,26E+00	1,02E+01	1,11E+01	2,04E+01	2,41E+01	2,13E+01
Jrs (A/m)		5,97E-02	6,31E-02						6,27E-02	5,75E-02		3,46E+00	2,40E+00
Hcr (mT)		5,85E+01	5,40E+01						5,46E+01	5,82E+01		3,46E+01	3,56E+01
K ₁ /K ₂	1,00E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,00E+00	1,00E+00	1,00E+00	1,00E+00	1,00E+00	1,02E+00	1,00E+00
K ₂ /K ₃	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00
K ₁ /K ₃	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,03E+00	1,01E+00

Echantillons	B				654A			654B			654C				
Carottes	B	B	C	C	B	B	B	B	B	D	B	B	C	C	C
N°	1	2	1	2	1	2	3	2	3	1	1	2	1	2	3
ARN A/m	3,21E-03	3,34E-03	1,72E-03	1,14E-03	1,58E-01	2,75E-01	2,47E-01	3,25E-01	2,43E-01	3,42E-01	1,98E-01	2,38E-01	2,05E-01	2,26E-01	2,64E-01
χ (10^{-5} SI)	2,04E+01	2,32E+01	2,04E+01	1,94E+01	2,61E+03	2,65E+03	2,48E+03	2,80E+03	2,83E+03	2,66E+03	2,64E+03	2,65E+03	2,67E+03	2,67E+03	2,63E+03
Jrs (A/m)		3,30E+00		2,96E+00		4,51E+01				4,72E+01		4,05E+01			
Hcr (mT)		4,97E+01		4,87E+01		1,54E+01				1,56E+01		1,39E+01			
K ₁ /K ₂	1,02E+00	1,02E+00		1,02E+00	1,05E+00	1,05E+00		1,05E+00	1,07E+00			1,06E+00			
K ₂ /K ₃	1,01E+00	1,01E+00		1,01E+00	1,02E+00	1,02E+00		1,04E+00	1,01E+00			1,00E+00			
K ₁ /K ₃	1,03E+00	1,03E+00		1,03E+00	1,07E+00	1,07E+00		1,09E+00	1,07E+00			1,06E+00			

Echantillons	654D					654E					654F			
Carottes	B	B	C	C	C	B	B	C	C	C	B	C	C	C
N°	1	2	1	2	3	1	2	1	2	3	1	1	2	3
ARN A/m	3,58E-01	3,17E-01	3,82E-01	2,98E-01	2,85E-01	2,52E-01	2,21E-01	2,21E-01	2,53E-01	3,21E-01	2,17E-01	2,29E-01	2,76E-01	2,44E-01
χ (10^{-5} SI)	2,48E+03	2,59E+03	2,58E+03	2,60E+03	2,64E+03	2,50E+03	2,45E+03	2,52E+03	2,47E+03	2,57E+03	2,57E+03	2,58E+03	2,57E+03	2,65E+03
Jrs (A/m)					6,56E+01					3,97E+01				4,28E+01
Hcr (mT)					1,81E+01					1,46E+01				1,49E+01
K ₁ /K ₂	1,04E+00			1,05E+00			1,05E+00		1,06E+00		1,06E+00			1,05E+00
K ₂ /K ₃	1,04E+00			1,04E+00			1,03E+00		1,01E+00		1,01E+00			1,01E+00
K ₁ /K ₃	1,09E+00			1,09E+00			1,08E+00		1,07E+00		1,07E+00			1,07E+00

Annexes AIII : Analyse magnétique

Echantillons	SP1			PORR				603A			603B		
Carottes	B	C	D	1	2	3	4	B	B	B	B	B	D
N°	1	1	1					1	2	3	2	3	1
ARN A/m	2,63E-03	2,37E-03	8,67E-04	5,46E-04	6,19E-04	4,54E-04	8,39E-04	5,91E-02	5,13E-02	6,70E-02	6,14E-02	5,71E-02	9,83E-02
χ (10^{-5} Si)	4,26E+01	4,07E+01	3,80E+01	5,56E+00	7,41E+00	5,56E+00	7,41E+00	1,43E+03	1,19E+03	1,20E+03	1,46E+03	1,44E+03	1,47E+03
Jrs (A/m)		3,94E-01	3,99E-01			7,89E-02	8,06E-02		4,45E+00				5,34E+00
Hcr (mT)		2,59E+01	2,47E+01			5,00E+01	1,64E+01		1,02E+01				9,89E+00
K ₁ /K ₂	1,01E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,04E+00	1,06E+00		1,04E+00	1,05E+00	1,01E+00	
K ₂ /K ₃	1,01E+00	1,00E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,03E+00	1,02E+00		1,02E+00	1,05E+00	1,08E+00	
K ₁ /K ₃	1,02E+00	1,00E+00	1,01E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,02E+00	1,07E+00	1,08E+00		1,06E+00	1,10E+00	1,09E+00	

Echantillons	603C					603D					603E				
Carottes	B	B	C	C	C	B	B	C	C	C	B	B	C	C	C
N°	1	2	1	2	3	1	2	1	2	3	1	2	1	2	3
ARN A/m	1,01E-01	4,61E-02	7,36E-02	7,03E-02	6,03E-02	5,62E-02	9,58E-02	6,31E-02	8,24E-02	3,71E-02	6,48E-02	5,84E-02	7,95E-02	5,00E-02	7,13E-02
χ (10^{-5} Si)	1,47E+03	1,45E+03	1,53E+03	1,57E+03	1,43E+03	1,52E+03	2,05E+03	1,28E+03	1,79E+03	1,31E+03	1,30E+03	1,22E+03	1,47E+03	1,57E+03	1,35E+03
Jrs (A/m)		5,74E+00								4,66E+00		5,98E+00			
Hcr (mT)		9,67E+00								1,08E+01		1,06E+01			
K ₁ /K ₂		1,06E+00				1,04E+00			1,07E+00			1,02E+00			1,03E+00
K ₂ /K ₃		1,02E+00				1,05E+00			1,05E+00			1,04E+00			1,02E+00
K ₁ /K ₃		1,08E+00				1,09E+00			1,13E+00			1,06E+00			1,05E+00

Echantillons	603F			
Carottes	B	C	C	C
N°	1	1	2	3
ARN A/m	6,56E-02	5,62E-02	7,02E-02	3,55E-02
χ (10^{-5} Si)	1,45E+03	1,35E+03	1,71E+03	1,32E+03
Jrs (A/m)				4,21E+00
Hcr (mT)				9,91E+00
K ₁ /K ₂	1,09E+00			1,05E+00
K ₂ /K ₃	1,01E+00			1,04E+00
K ₁ /K ₃	1,11E+00			1,09E+00

Annexe AIII-51.

Annexes AIII : Analyse magnétique

Echantillons erratiques de granits

Echantillons	LOUV			LGOTBE			PLT			LALS		
Carottes	B	C	D	B	C	D	B	D	D	B	C	D
N°	1	1	1	1	1	1	1	1	2	1	1	1
ARN A/m	1,83E-02	5,03E-03	3,30E-02	1,42E-03	1,71E-03	1,63E-03	7,07E-03	1,28E-03	3,01E-03	1,46E-02	1,42E-02	5,62E-03
χ (10^{-5} SI)	3,52E+01	2,59E+01	3,52E+01	2,04E+01	2,41E+01	1,94E+01	2,59E+01	2,04E+01	2,22E+01	1,76E+01	1,67E+01	1,85E+01
Jrs (A/m)		1,26E+01	1,21E+01	1,53E+00		6,72E-01	3,19E+00	4,49E-01	1,23E+00	2,65E+00		1,56E+00
Hcr (mT)		2,83E+01	2,26E+01	5,60E+01		5,38E+01	8,21E+01	1,45E+02	5,71E+01	1,79E+01		1,38E+01
K_1/K_2	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,10E+00	1,02E+00
K_2/K_3	1,01E+00	1,01E+00	1,04E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	1,02E+00	1,03E+00	1,03E+00	1,01E+00	1,07E+00	1,07E+00
K_1/K_3	1,02E+00	1,03E+00	1,05E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,02E+00	1,04E+00	1,04E+00	1,04E+00	1,03E+00	1,17E+00	1,09E+00

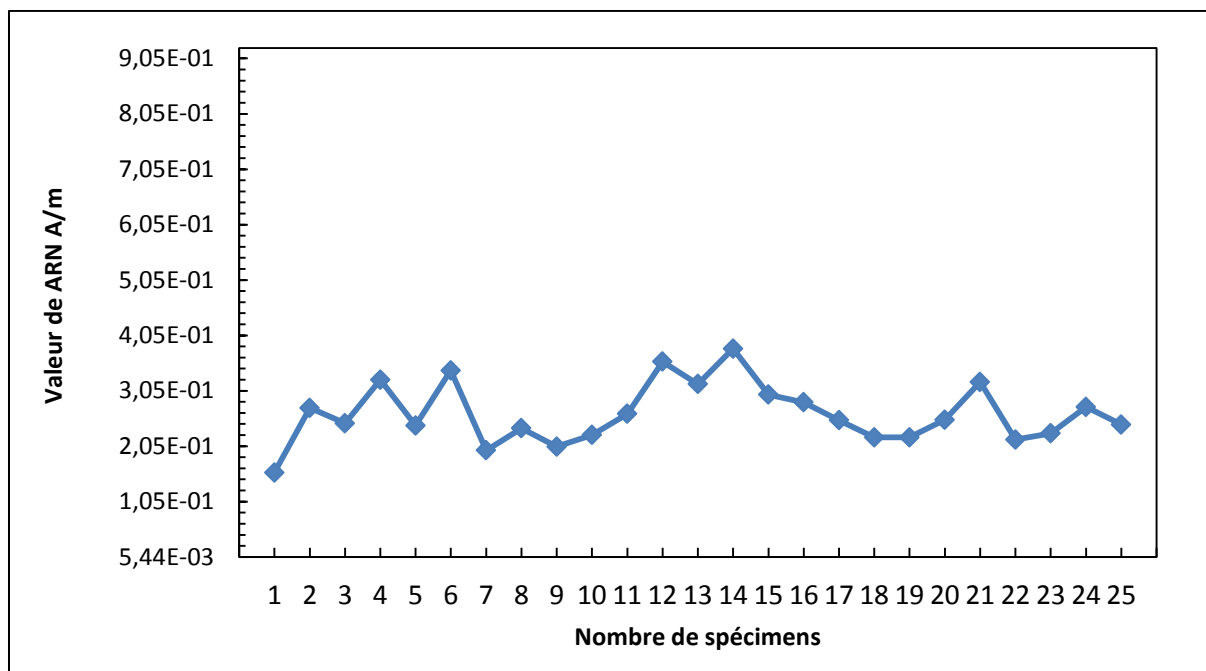
Echantillons	SAG4			P1			
Carottes	B	D	D	B	C	B	C
N°	1	1	2	1	1	2	2
ARN A/m	1,30E-01	1,66E-01	1,67E-01	6,58E-03	6,58E-03	1,88E-02	1,88E-02
χ (10^{-5} SI)	7,30E+02	5,37E+02	7,92E+02	3,89E+01	3,89E+01	3,80E+01	3,80E+01
Jrs (A/m)	1,81E+01	9,23E+00	1,79E+01	5,27E-01			
Hcr (mT)	2,16E+01	1,14E+01	2,11E+01	4,44E+01			
K_1/K_2	1,06E+00	1,13E+00		1,01E+00	1,01E+00	1,01E+00	
K_2/K_3	1,18E+00	1,06E+00		1,04E+00	1,02E+00	1,03E+00	
K_1/K_3	1,24E+00	1,20E+00		1,05E+00	1,03E+00	1,05E+00	

Annexe AIII-52.

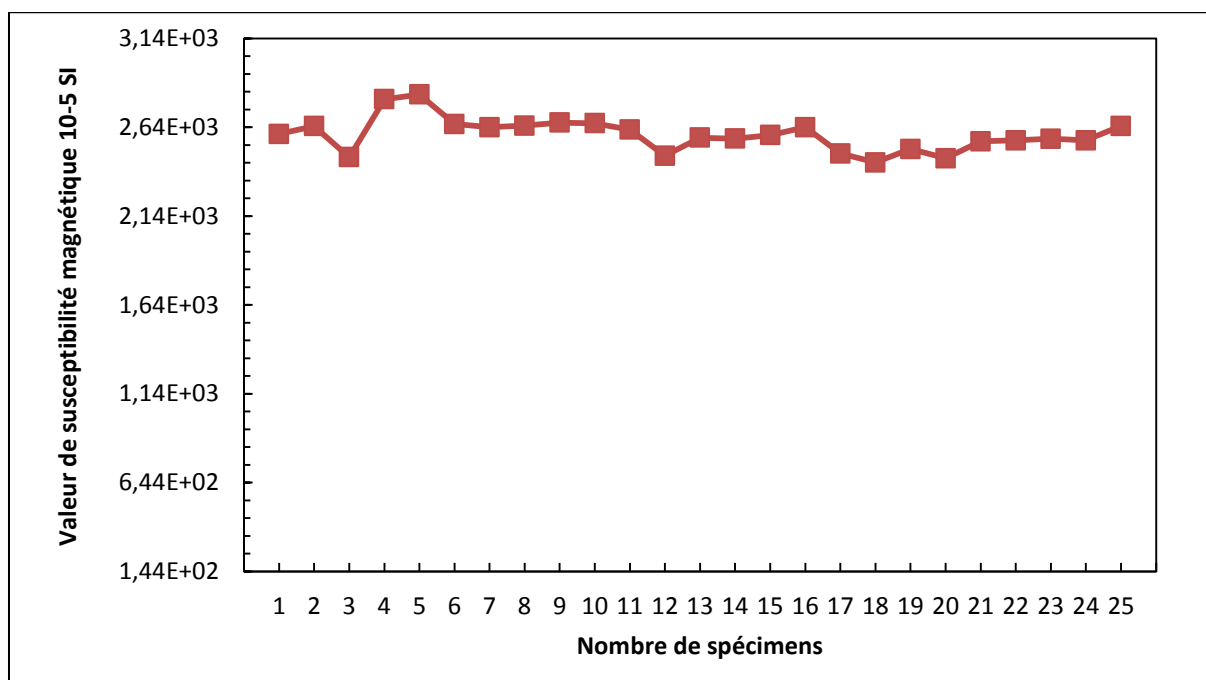
Ensemble des tableaux récapitulatifs des analyses magnétiques de chaque pierre de construction de type granit étudiée.

Annexes AIII : Analyse magnétique

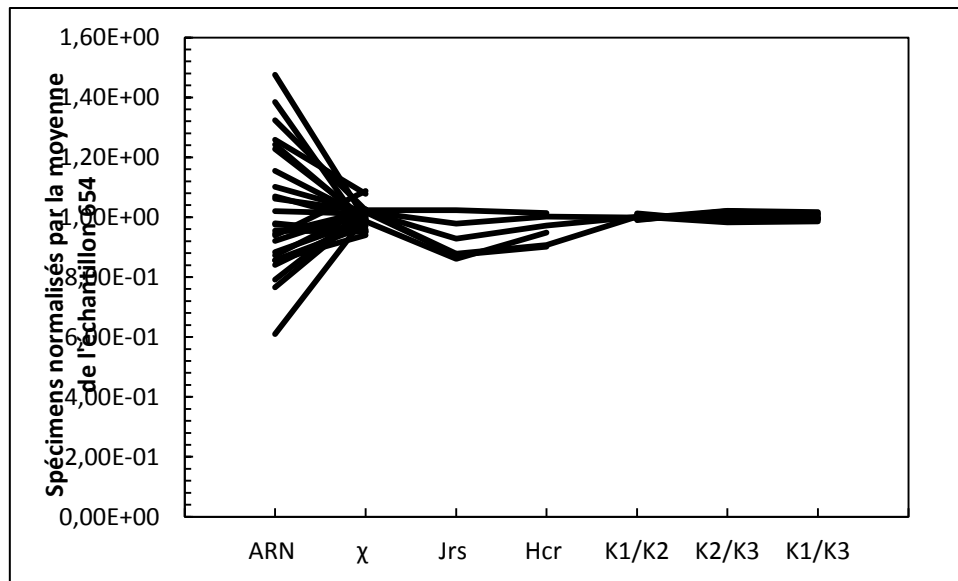
Les Annexes AIII-53, AIII-54 et AIII-55 illustrent la grande variation des propriétés magnétiques au sein d'un même échantillon 654.



Annexe AIII-53. Variabilité des valeurs d'ARN au sein de l'échantillon 654.

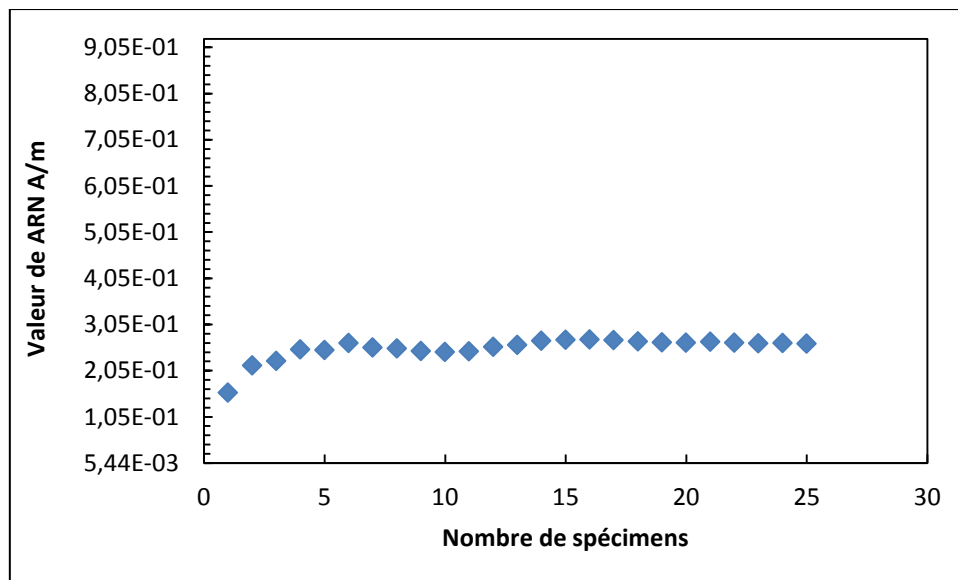


Annexe AIII-54. Variabilité des valeurs de susceptibilité magnétique au sein de l'échantillon 654.

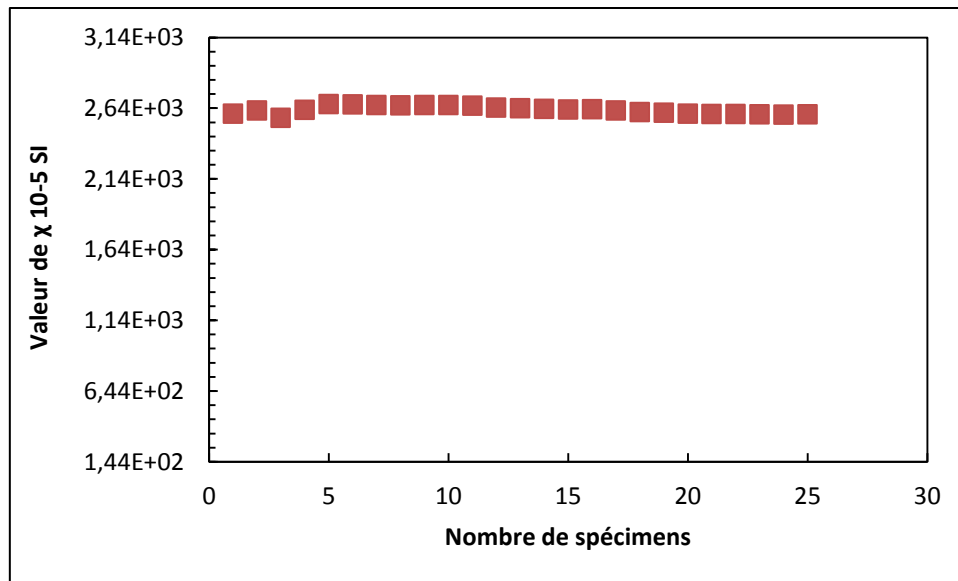


Annexe AIII-55. Variabilité des valeurs de toutes les propriétés magnétiques au sein de l'échantillon 654.

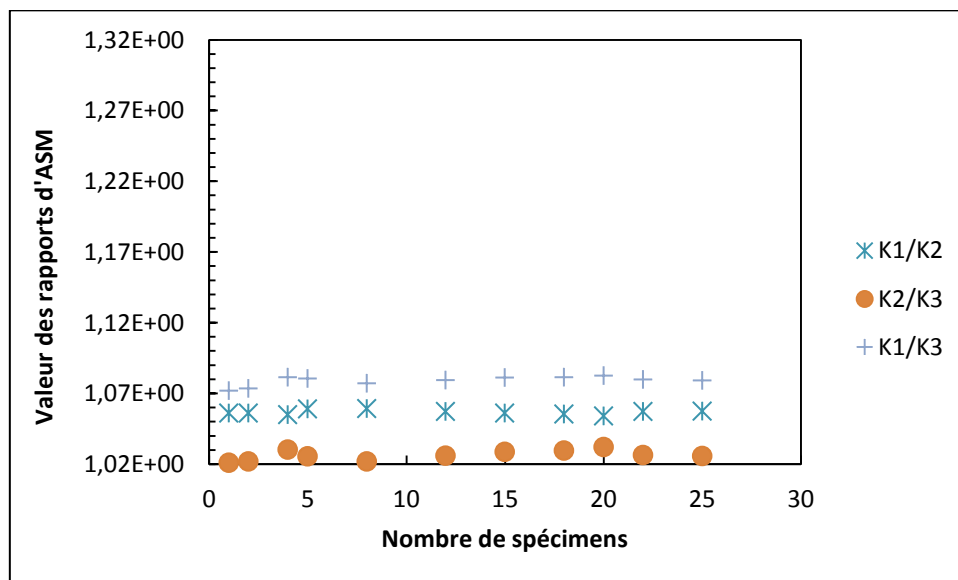
Les Annexes AIII-56, AIII-57 et AIII-58, illustrant la variation des valeurs d'ARN, de susceptibilité et de rapports d'ASM moyennées sur 25 spécimens d'un même échantillon 654, montrent qu'un seul spécimen n'est pas suffisant pour avoir une valeur de propriétés magnétiques représentative d'un échantillon (fluctuations des valeurs). Par contre, la mesure de minimum 3 spécimens semble être suffisant pour avoir une valeur de propriétés magnétiques qui ne fluctue plus et donc stabilisé et représentative de l'échantillon.



Annexe AIII-56.



Annexe AIII-57.



Annexe AIII-58.

*Annexes AIV :
Analyse statistique*

1. L'analyse statistique

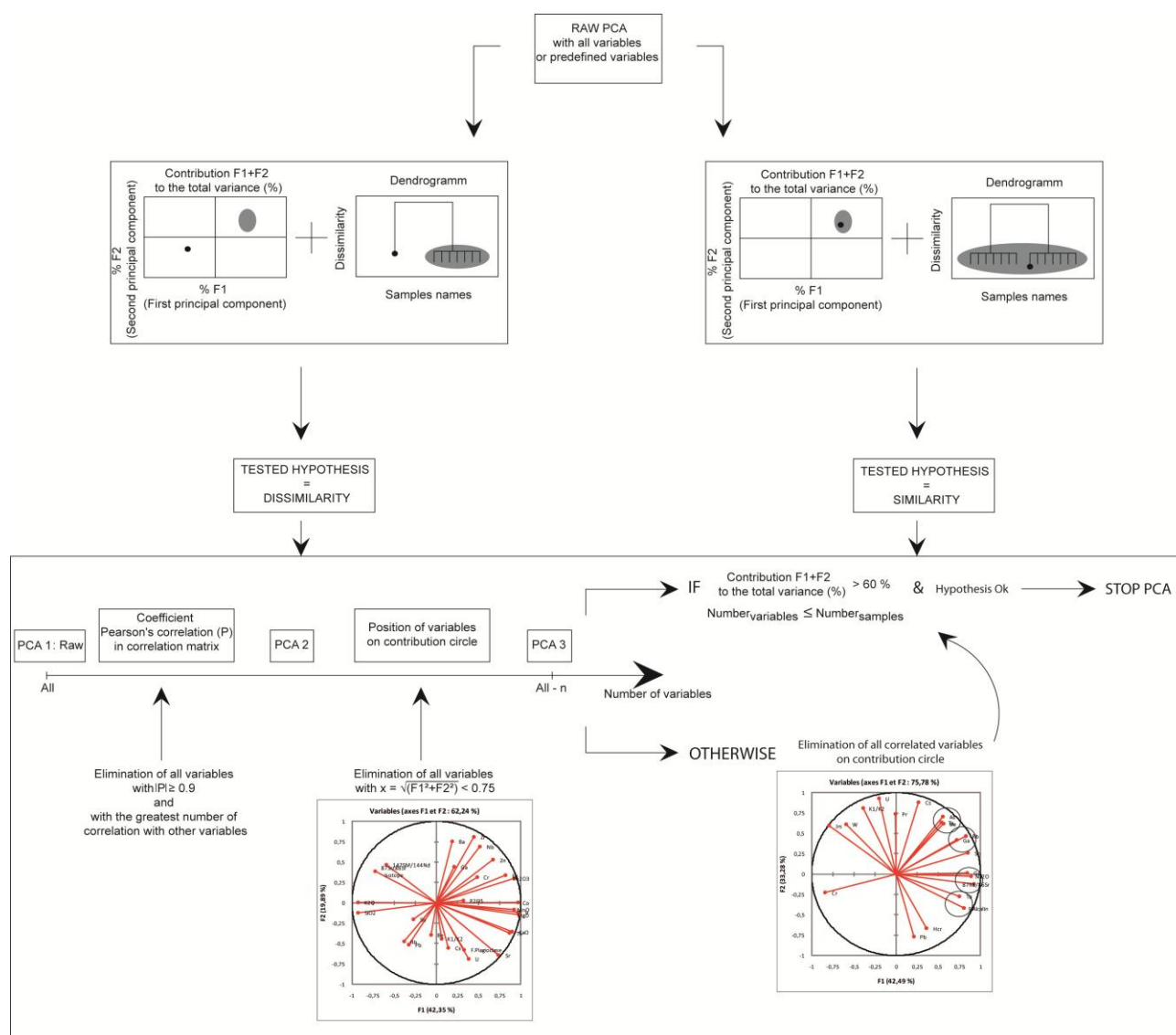
Toutes les données obtenues en analyses modale, géochimique et/ou magnétique sont utilisées comme données d'entrée d'une analyse statistique permettant le regroupement des échantillons. Nous avons utilisé des techniques multivariées pour classer et comparer attentivement les échantillons : l'Analyse en Composantes Principales (ACP), la Classification Hiérarchique Ascendante (CAH) et l'Analyse Factorielle Discriminante (AFD).

1.1. L'Analyse en Composantes Principales (ACP)

Lorsque le nombre de variables examinées est grand, il est très probable que des sous-ensembles de variables soient fortement corrélés entre eux (par exemple, mesure du même paramètre physique). Dans ce cas, un certain nombre de variables est redondant, les modèles de données sont difficiles à trouver et la représentation graphique n'est pas disponible (Moropoulou et Polikreti, 2009). L'ACP peut être employée comme un moyen de réduire le nombre initial de variables, d'identifier des modèles dans les données et d'exprimer les données de manière à faire ressortir leurs similitudes et leurs différences (Moropoulou et Polikreti, 2009). Cependant, l'ACP n'est pas considérée comme un outil de regroupement mais elle permet de révéler les similitudes et les différences entre les échantillons et est habituellement la première étape pour rechercher des groupes dans de grands ensembles de données (Moropoulou et Polikreti, 2009).

En termes mathématiques, l'ACP est une transformation orthogonale linéaire qui transforme les données vers un nouveau système de coordonnées. Chaque coordonnée, la composante principale (CP), est une combinaison linéaire des variables observées de telle manière qu'elle représente la quantité maximale de la variance de l'ensemble des données (Atzori et al., 1996 ; Ragland et al., 1997 ; Liritzis et al., 2008 ; Moropoulou et Polikreti, 2009 ; Colao et al., 2010). Ces nouvelles variables sont des combinaisons linéaires des variables d'origine et sont présentées dans l'ordre décroissant d'importance (Atzori et al., 1996 ; Ragland et al., 1997). La première CP (F1) est la direction qui explique la plus grande variabilité dans les données (Ragland et al., 1997). La seconde CP (F2) est orthogonale à la précédente et décrit la quantité maximale de la variabilité restante (Moropoulou et Polikreti, 2009). Le nombre de CP extraites dans une ACP est égal au nombre de variables observées (Moropoulou et Polikreti, 2009), mais généralement seuls les huit premières CP représentent une quantité significative (99%) de la variance (Atzori et al., 1996), de sorte que celles-ci soient conservées, interprétées et utilisées dans l'analyse statistique suivante (Moropoulou et Polikreti, 2009). Une ACP est valide si la contribution des PC (F1 + F2) sur la variance totale est supérieure à 60% et si le nombre total de variables est inférieur ou égal au nombre d'échantillons (Jolliffe, 1986; Shaw, 2003; Shlen, 2009; Duby and Robin, 2006).

Nous avons systématiquement suivi la même procédure semi-automatique pour réaliser notre ACP (Annexe AIV-59). Pour chaque ACP, la première étape consiste à définir une hypothèse à tester (ressemblance ou de dissemblance entre les échantillons). Comme nous avons en entrée beaucoup plus de variables que d'échantillons, les prochaines étapes successives consistent à réduire progressivement le nombre de variables pour rentrer dans les conditions de validation d'une ACP. Une matrice de corrélation entre chaque variable est d'abord calculée (étape ACP1). Dans cette matrice, nous utilisons le coefficient de corrélation de Pearson comme indice de similarité. Parmi les variables montrant un coefficient de plus de 0,9 dans la matrice de Pearson, nous éliminons celles impliquées dans un plus grand nombre de corrélations que les autres. Une seconde matrice est alors calculée avec les autres variables (étape ACP2) en traçant le cercle de contribution (corrélation) correspondant. Dans ce dernier, chaque variable est un point dont la coordonnée dépendra du degré de corrélation entre la variable et les deux CP (par exemple F1 et F2 ; Charpentier, 2009). La distance entre un point et l'origine du cercle, est donc une estimation de la contribution d'une variable à la variance. Cette contribution est nulle pour un point situé à l'origine du cercle, mais elle est maximale pour un point situé sur le cercle extérieur d'un rayon de 1 (Charpentier, 2009). À cette étape, toutes les variables qui contribuent de moins de 0,75 sont supprimées. Avec les autres variables, une troisième matrice est calculée. Dans la plupart des cas que nous avons traités ici cette matrice correspondait au calcul final à partir de laquelle nous avons analysé les résultats par rapport à l'hypothèse testée. En effet, les conditions de validation d'une ACP ont été atteints à ce stade (contribution F1 + F2 pour la variance totale > 60% et le nombre de variables \leq nombre d'échantillons). Dans quelques autres cas, à ce stade, le nombre de variables a encore dépassé le nombre d'échantillons. Comme les points les plus proches sur le cercle contribution F1-F2 indiquent une forte corrélation entre les variables correspondantes, nous avons supprimé, dans le groupe montrant les points les plus proches, la variable possédant la plus faible contribution. Dans ces rares cas, une quatrième matrice a été calculée et analysée. Dans tous les cas, les résultats de la dernière matrice sont utilisés dans une Classification Ascendante Hiérarchique (CAH).

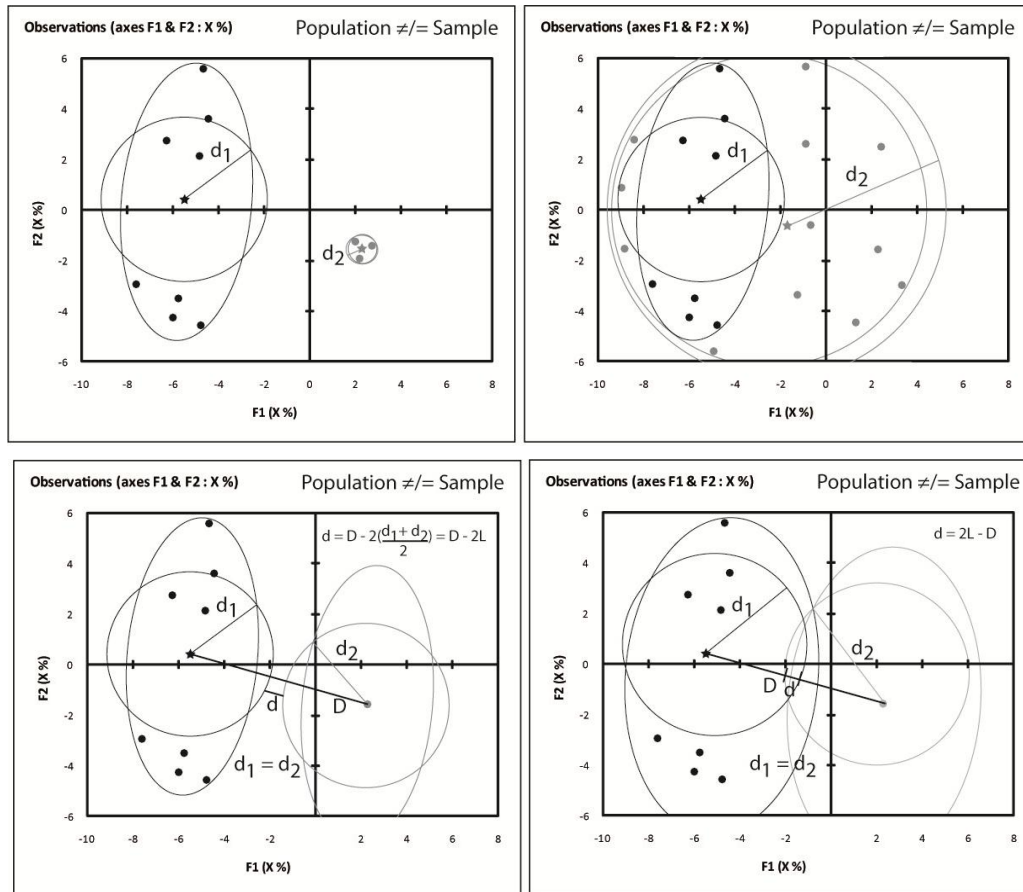


Annexe AIV-59 : Procédure statistique de l'Analyse en Composante Principale.

Nous avons utilisé le logiciel XLSTAT pour effectuer les différentes ACP. Nos variables de départ sont les (1) données brutes des échantillons pour les modes, les teneurs en éléments traces, les rapports isotopiques et les propriétés magnétiques, et (2) les données recalculées (pour un total de 100%) pour les éléments majeurs. Les moyennes des modes ont été utilisées pour les échantillons des populations de référence qui ont été comptés deux fois ou plus. Une composition chimique moyenne a été utilisée pour les échantillons qui ont été analysés à deux reprises. Les moyennes des carottes magnétiques ont été utilisées pour les propriétés magnétiques. Le nombre initial de variables injecté dans les analyses ACP a été de 70 pour les granitoïdes et de 17 pour les calcaires. Le nombre final de variables et le nombre d'échantillons dépend de chaque hypothèse initiale testée.

Les résultats sont donnés sous forme de nuage de points dans un diagramme F1-F2, où les données sont situées dans deux axes représentant les deux PC (Annexe AIV-60). Le long de ces axes, où la variance est maximale, nous attendons avoir le maximum de différenciation entre les différents échantillons, et par conséquent à détecter les groupes (Atzori et al., 1996 ; Moropoulou et Polikreti, 2009).

Dans la suite, nous proposons une méthode pour quantifier le degré de confiance (ou l'écart entre deux populations) qui peut être attribué à une hypothèse vérifiée. L'annexe AIV- 60 expose des exemples théoriques d'observations dans l'espace F1-F2 (nuage d'observations) qui résultent de l'ACP-HAC en comparant deux populations ou une population et un seul échantillon. Dans l'annexe AIV-60A, on conclut que la population gris est sensiblement différente de la population de référence. En effet, une séparation complète est visible entre les enveloppes et les cercles de moyenne. En revanche, dans l'annexe AIV-60B, aucune différence significative ne peut être faite entre les deux populations (ou classes) : l'enveloppe de la population de gris chevauche parfaitement celle de la population de référence (moyenne des cercles se chevauchent en partie). Quand un seul échantillon est comparé à une population de référence, la variance de la population de référence a été fixée arbitrairement à la population virtuelle de l'échantillon considéré (Annexes AIV-60C et AIV-60D). Dans ces graphiques, quantifier le degré de chevauchement ou la séparation des enveloppes ou des cercles moyens fournit une estimation du degré de confiance qui peut être attribuée à la vérification d'une hypothèse de départ. La distance (D) qui sépare les barycentres de deux classes différentes (ou la distance entre un barycentre de classe et un point correspondant à un échantillon unique) mesure la dispersion entre deux classes (ou entre une classe et un seul échantillon). Pour une classe, la distance moyenne des échantillons de leurs barycentres respectifs mesure la variance de la classe (d_i). Lorsque deux classes sont comparées, la moyenne (L) des distances moyennes (d_i) est utilisée pour calculer la distance de séparation ($x = D - 2L$) ou qui se chevauchent ($y = 2L - D$). La distance relative, utilisée pour estimer le degré de confiance à laquelle une hypothèse est vérifiée, est donnée par le rapport x/D ou y/D . Lorsque ce rapport est supérieur à 1 pour les classes qui se chevauchent, nous considérons que l'hypothèse de similitude est vérifiée avec une probabilité de 100%.

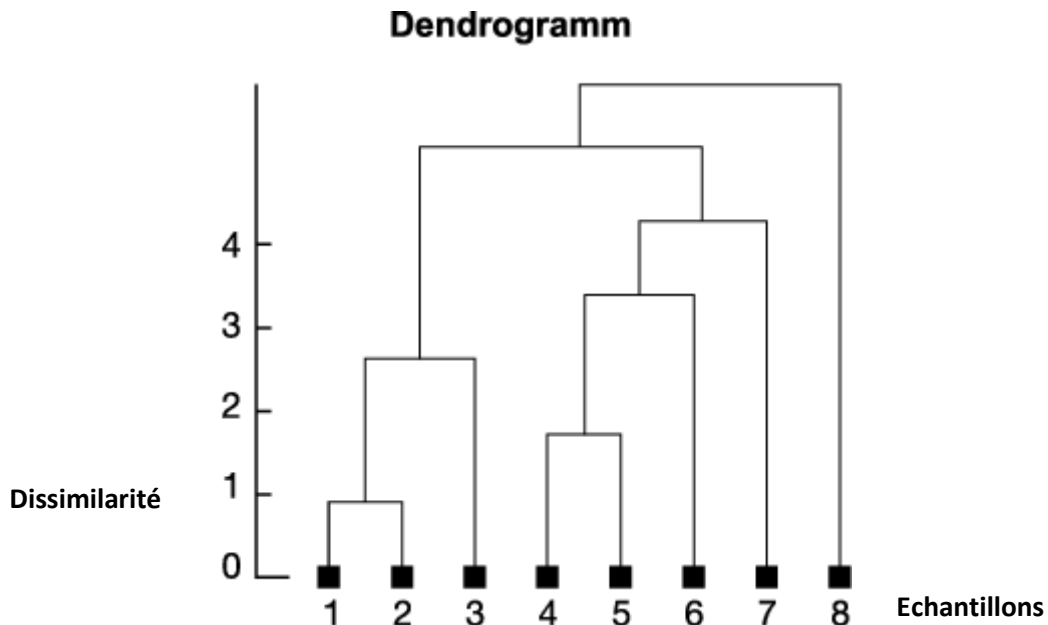


Annexe AIV-60 : Représentation graphique de l'ACP et exemples théoriques des observations dans l'espace F1-F2.

1.2. La Classification Ascendante Hiérarchique (CAH)

La CAH met en évidence les résultats d'une ACP en produisant un arbre de classification binaire (dendrogramme ; Benzécri, 1985 ; Jobson, 1992 ; Everitt et al, 2001). La CAH est une méthode de classification itérative qui consiste à définir des classes d'objets classés ou non en fonction de leur ressemblance ou de dissemblance. Dans un dendrogramme, les racines, formées par les classes et apparaissant selon un axe horizontal, sont connectées à différents niveaux de dissimilarité le long d'un axe vertical (Annexe AIV- 61). Ainsi la CAH commence par calculer un degré de dissemblance entre les échantillons. Par exemple, on utilise des distances euclidiennes qui est pertinent pour les données quantitatives (Benzécri, 1985 ; Carpentier, 2005). Elle implique également un critère d'agrégation. Ce dernier est le critère de Ward, qui permet l'agrégation de deux classes (ou deux échantillons) dans un groupe unique (ou classe) aussi longtemps que l'inertie intra-classe reste aussi petit que possible. L'inertie intra-classe est une mesure de l'homogénéité d'une classe et correspond à la somme des distances dans l'espace F1-F2 des échantillons (Ward, 1963 ; Benzécri, 1985). Tronquer le dendrogramme (obtenu à partir de XLSTAT logiciel) à un niveau donné sur l'axe vertical indique le nombre de classes à considérer (Jobson, 1992;. Everitt et al, 2001). À cette étape, l'hypothèse testée peut donc être vérifiée. Des troncatures automatiques (critère optimisation de Ward) sont possibles,

mais elles peuvent fournir plus de classes que prévu par rapport à l'échantillonnage. Alternativement, le nombre de classes peut être imposé lors de l'exécution (CAH forcée). Les deux procédures ont été testées. En mettant en évidence les résultats d'un ACP et donc en distribuant les échantillons dans des classes différentes, la CAH est surtout qualitatif.



Annexe AIV-61 : Dendrogramme : les racines, formées par les classes et apparaissant selon un axe horizontal, sont connectées à différents niveaux de dissimilarité le long d'un axe vertical.

1.3. L'Analyse Factorielle Discriminante (AFD)

Cette analyse permet d'expliquer et de prédire l'appartenance d'individus à plusieurs classes sur la base de variables explicatives quantitatives et qualitatives. Elle est apparentée à l'ACP. Elle peut être utilisée pour :

- vérifier sur un graphique à 2 ou 3 dimensions si les groupes auxquels appartiennent les observations sont bien distincts,
- prédire le groupe d'appartenance pour une nouvelle observation.

La première étape d'une AFD est d'estimer la cohésion des groupes de référence. Pour cela, il faut calculer le carré moyen de la distance entre tous les individus d'un même groupe. La meilleure cohésion est obtenue en minimisant le carré moyen des distances (Pineau, 1998). Une fois que nous avons observé qu'il n'y avait pas de confusion et d'erreurs d'échantillons à l'intérieur des groupes de références et que les groupes auxquels appartiennent les observations sont bien distincts, nous pouvons prédire le groupe d'appartenance pour une observation/échantillon à tester. Chaque individu à tester peut être affecté à un groupe de référence par mesure de similarité avec celui-ci. Cette similarité est

calculée par le carré moyen de la distance entre cet individu à tester et tous les individus d'un groupe. L'individu à tester est affecté à tel ou tel groupe lorsque son carré moyen de distance avec ce groupe est minimum (Pineau, 1998). Les résultats de l'AFD affichent le tableau de classification (matrice de confusion) qui permet de calculer un pourcentage d'observations bien classées, les probabilités d'appartenance, les coordonnées des individus avec l'axe F1 et le carrés des distances (Annexe AIV-62).

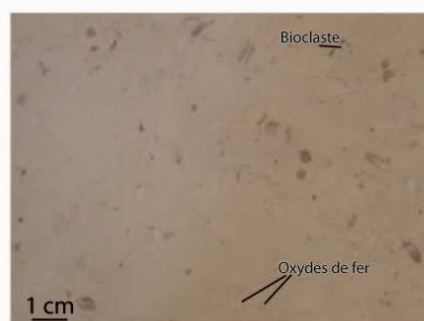
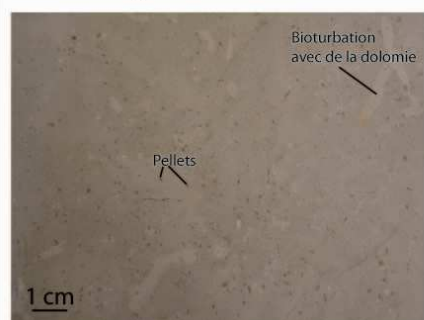
Echantillons	Classification a priori	Classification a posteriori	Probabilités (Groupe I)	Probabilités (Groupe II)	F1	D ² (Groupe I)	D ² (Groupe II)
1	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	2,062	2,803	77,038
2	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	0,932	4,829	60,963
3	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	-0,013	7,178	48,195
4	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	2,003	4,086	77,368
5	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	1,491	7,145	72,230
6	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	0,801	7,342	61,380
7	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	1,989	5,564	78,626
8	Groupe I	Groupe I	1,000	0,000	3,543	6,214	104,152
9	Groupe II	Groupe II	0,000	1,000	-6,412	67,861	6,424
10	Groupe II	Groupe II	0,000	1,000	-6,395	67,594	6,424
A (Testé)	Groupe II	Groupe II	0,000	1,000	-5,543	64,094	16,575
B (Testé)	Groupe II	Groupe II	0,000	1,000	-7,009	100,967	29,972

Annexe AIV-62 : Tableau de classification, de probabilités d'appartenance, des coordonnées des individus avec l'axe F1 et le carrés des distances.

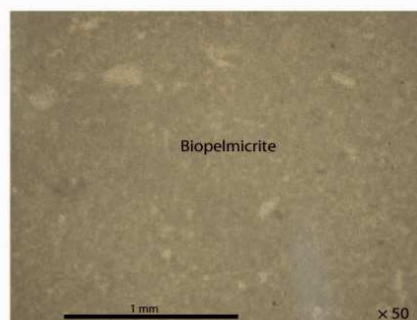
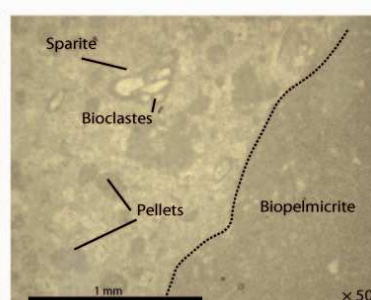
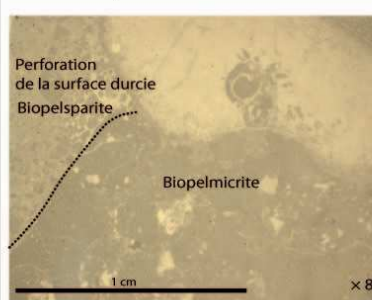
ANNEXE AV :
Planches
photographiques
Comblanchien

Caractéristiques pétrographiques du banc 6.4 (CMB)

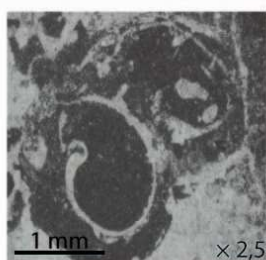
Macroscopie



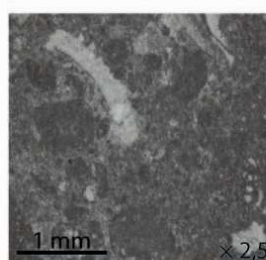
Loupe binoculaire



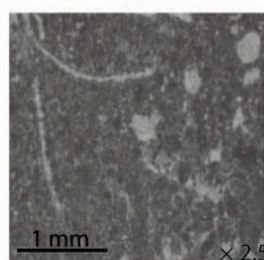
Microscope



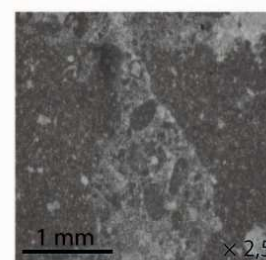
Gastéropodes



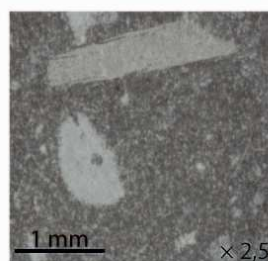
Pellets, Brachiopodes, Foraminifères



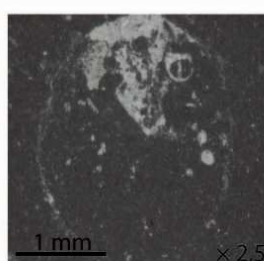
Ostracodes, Pellets



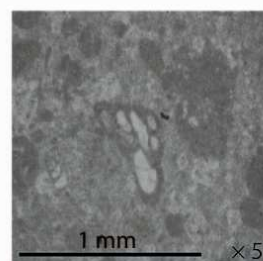
Perforation et remplissage de la surface durcie



Bioclastes corrodés (entrouques de crinoïdes)

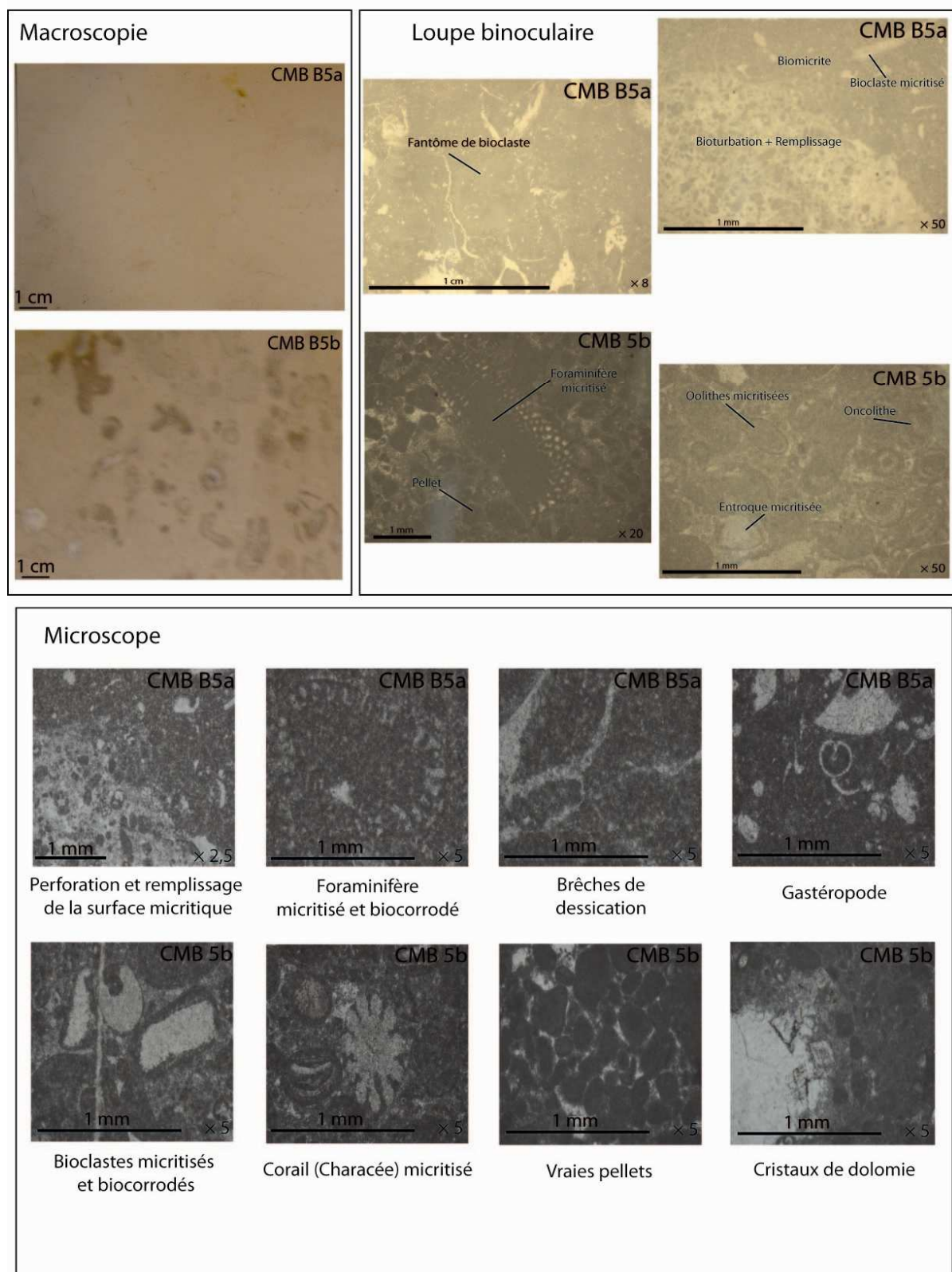


Fantôme de bioclaste micritisé biocorrodé

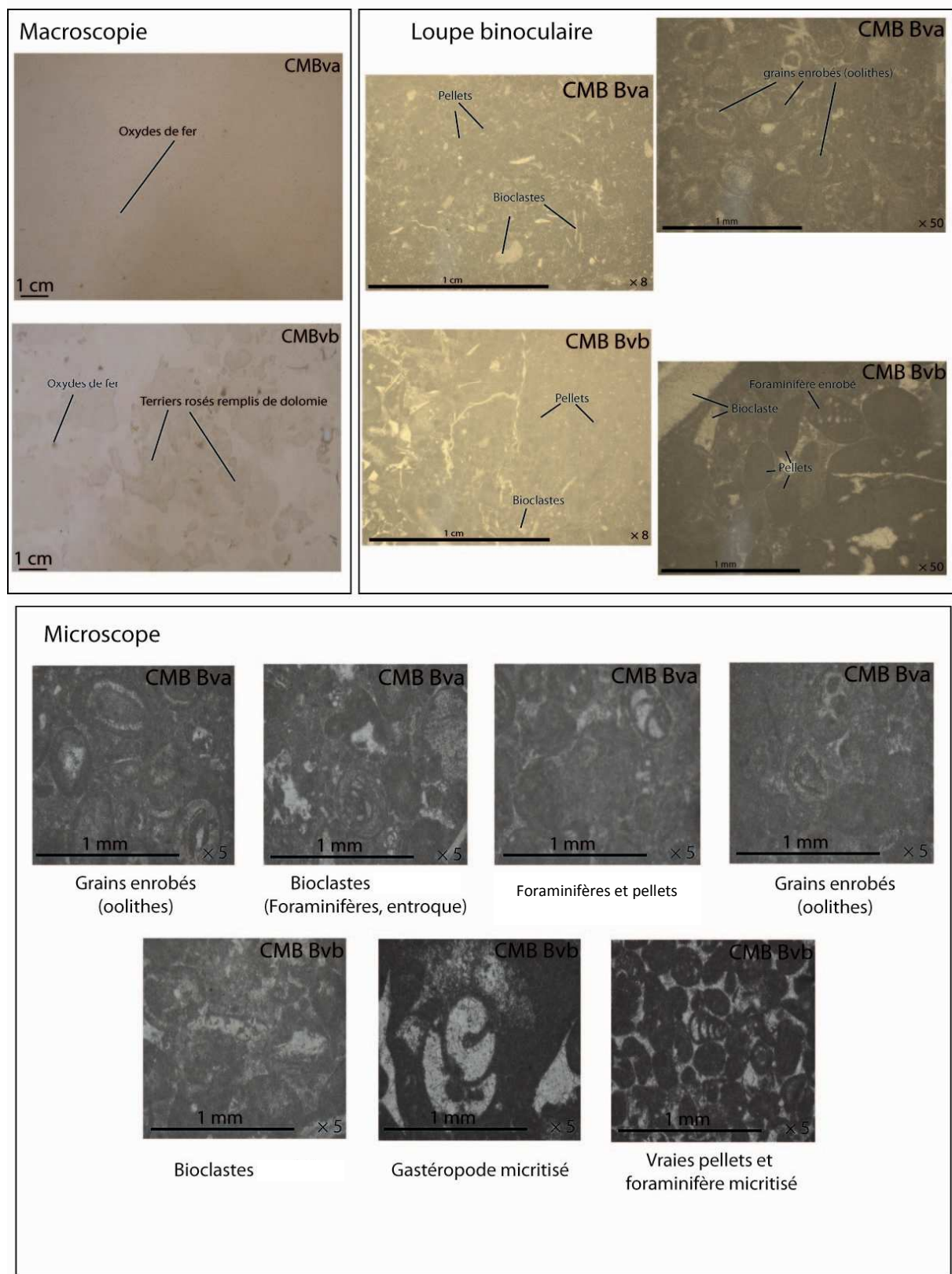


Foraminifère micritisé biocorrodé

Caractéristiques pétrographiques du banc 5 (CMB)

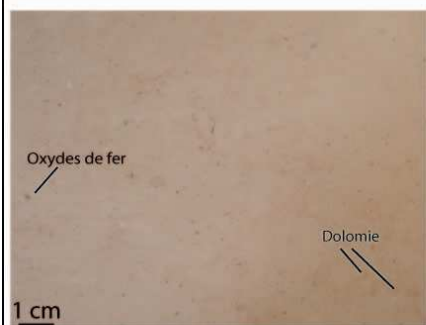


Caractéristiques pétrographiques du banc Vert (CMB)

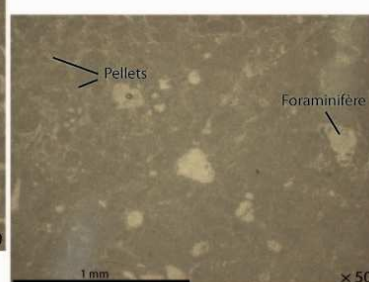
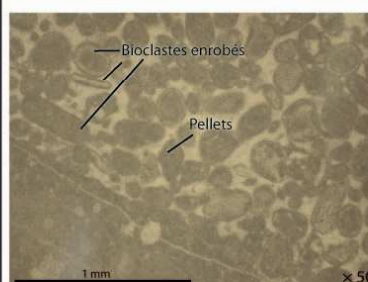
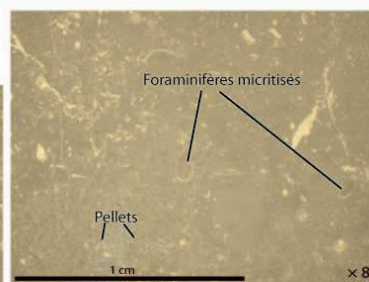
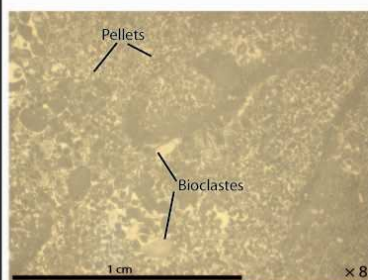


Caractéristiques pétrographiques du banc 8.9 (CMB)

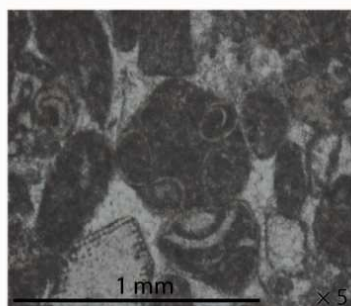
Macroscopie



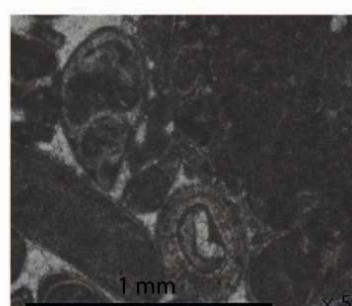
Loupe binoculaire



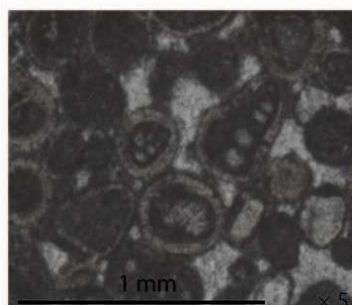
Microscope



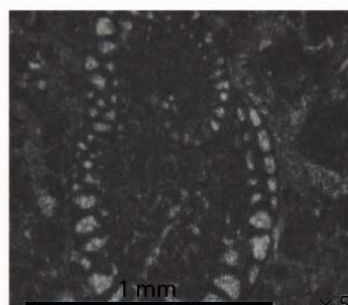
Grains enrobés et micritisés
(oolithes, foraminifère, gastéropode)



Grains enrobés



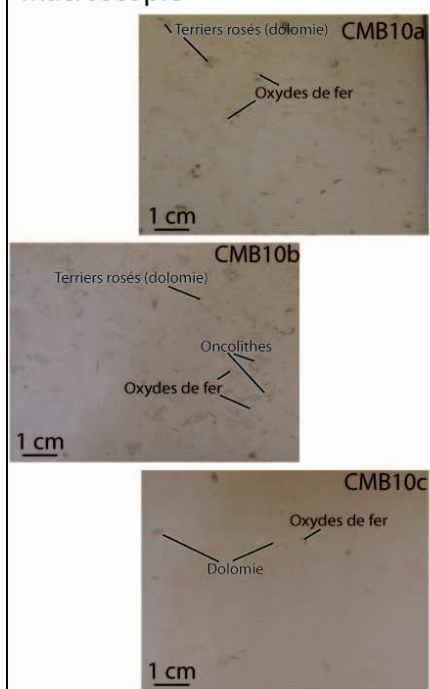
Bioclastes
(Foraminifères, entroque)



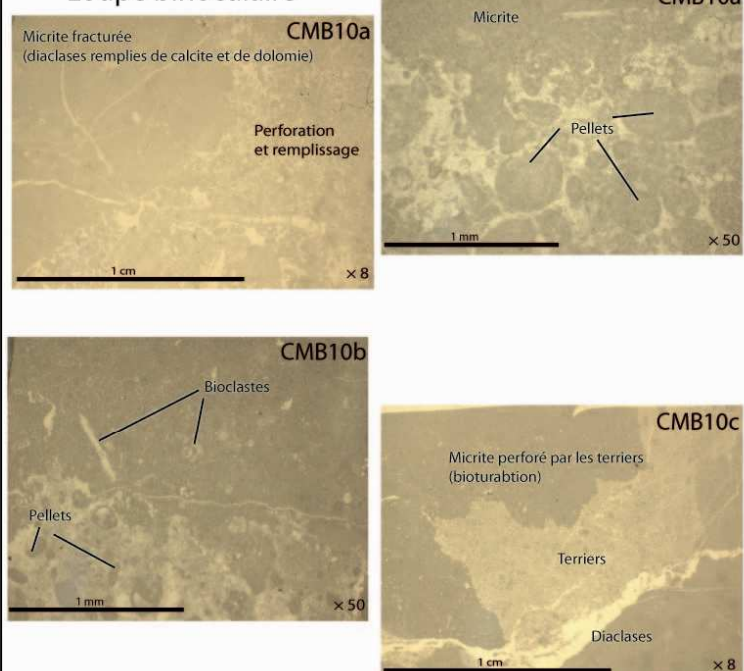
Foraminifère micritisé

Caractéristiques pétrographiques du banc 10 (CMB)

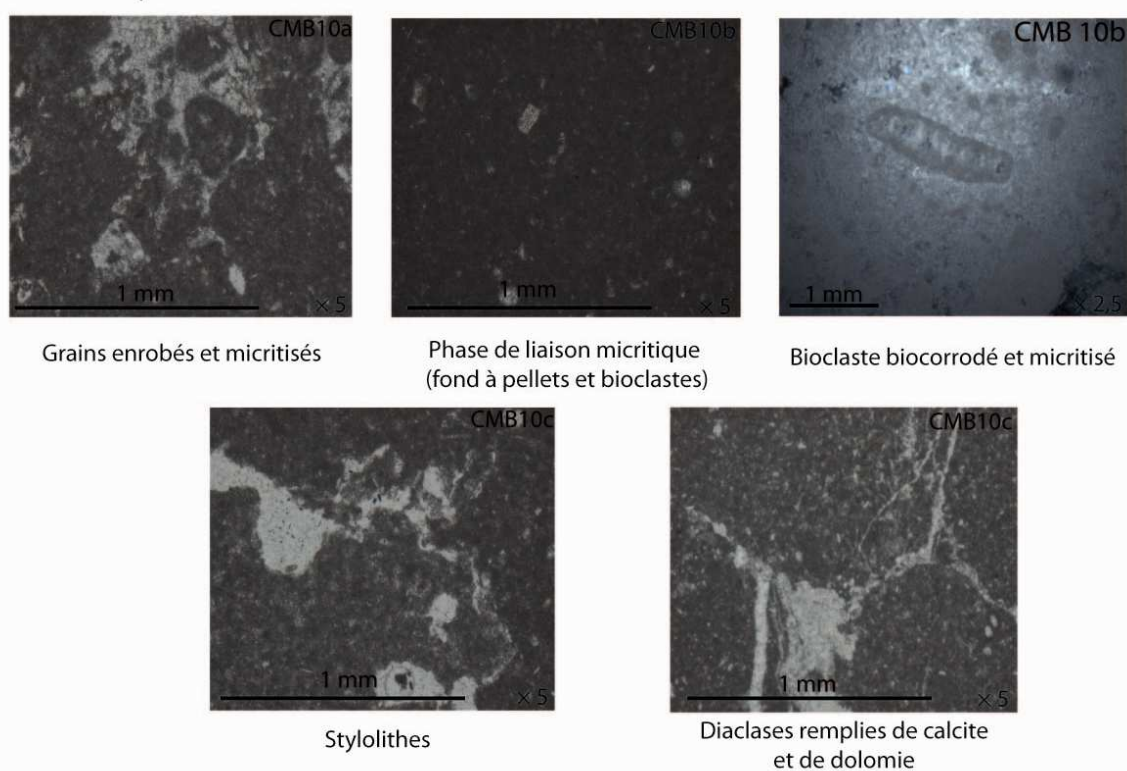
Macroscopie



Loupe binoculaire



Microscope

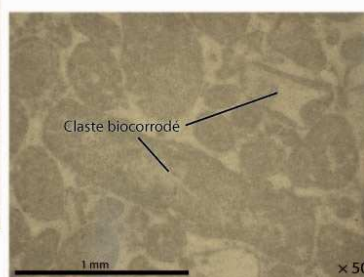
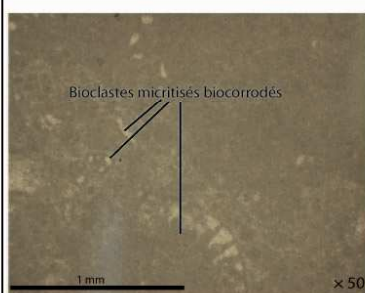
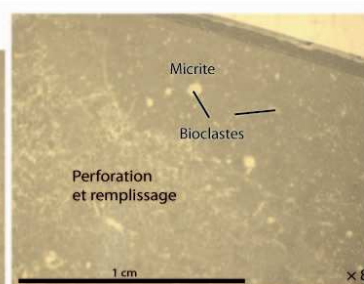
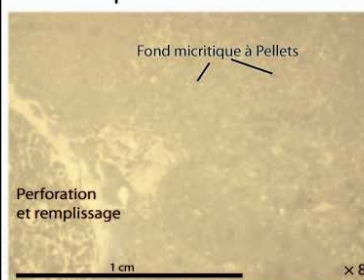


Caractéristiques pétrographiques du banc 9.2 (PB)

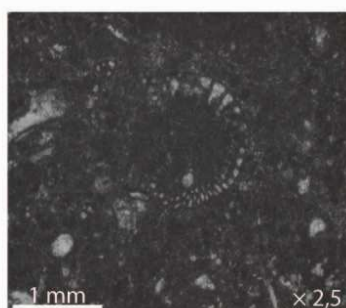
Macroscopie



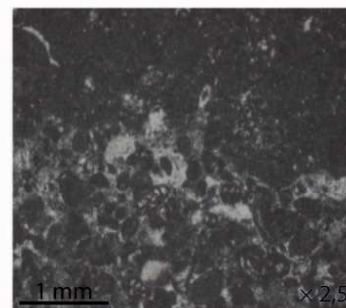
Loupe binoculaire



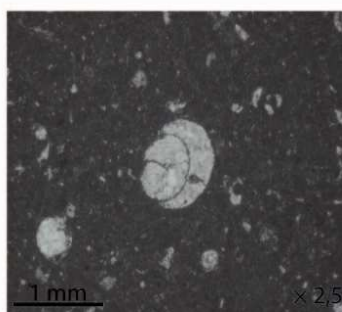
Microscope



Foraminifère micritisé



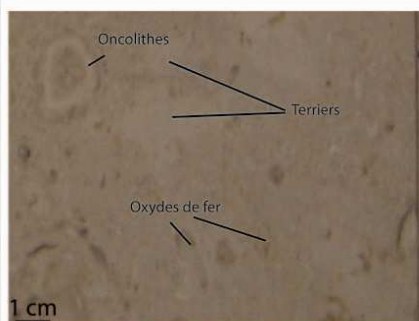
Foraminifères micritisés,
Perforation de la surface durcie



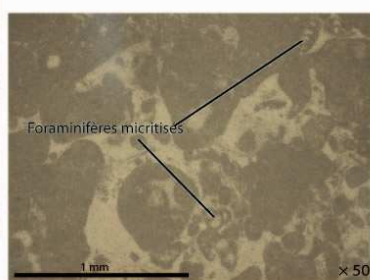
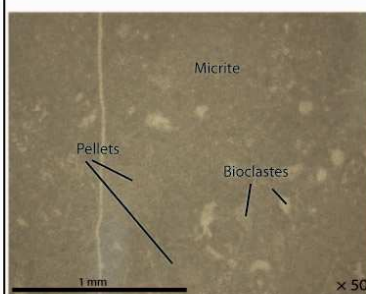
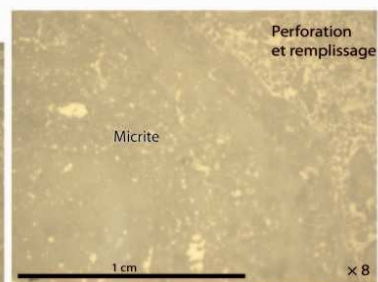
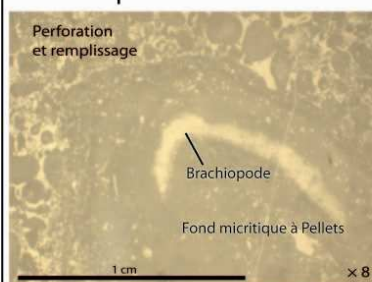
Gastéropode dans la micrite

Caractéristiques pétrographiques du banc 9.1 (PB)

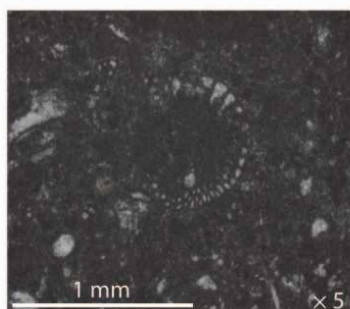
Macroscopie



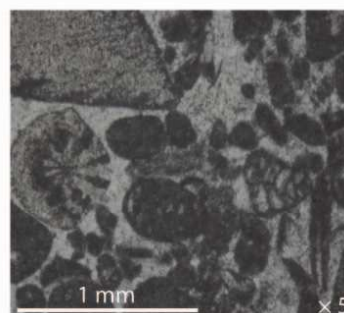
Loupe binoculaire



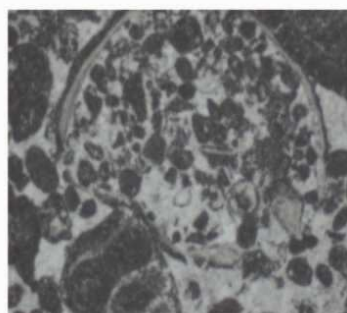
Microscope



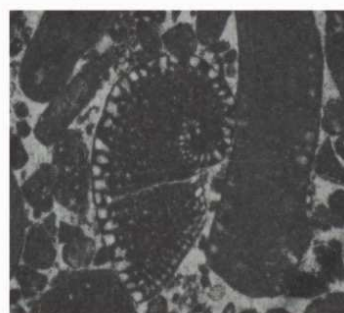
Foraminifère micritisé



Bioclastes micritisés
(Corail, entroque et foraminifère)



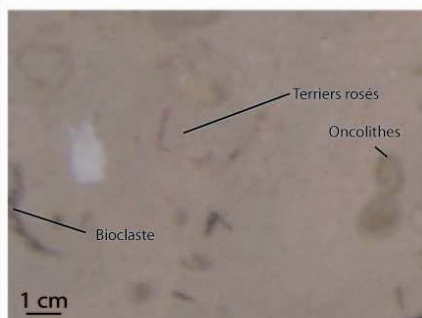
Bioclaste micritisé et remplis de grains
Foraminifère micritisé



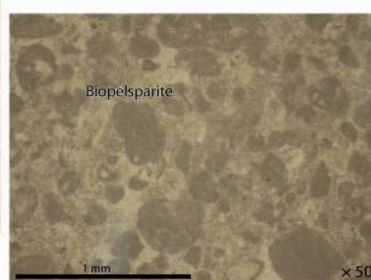
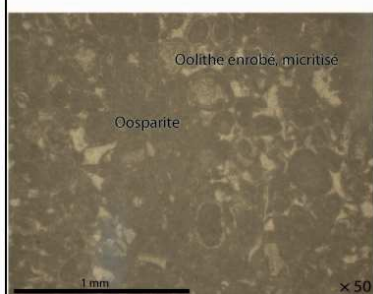
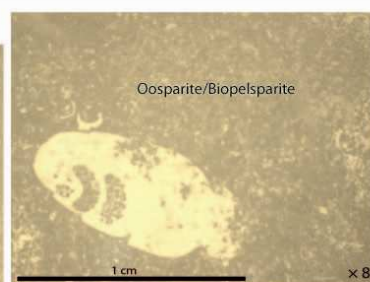
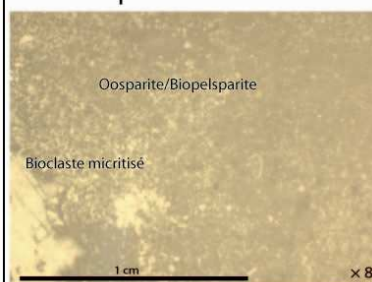
Foraminifère micritisé

Caractéristiques pétrographiques du banc 7.8 (PB)

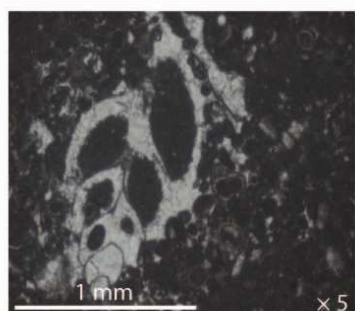
Macroscopie



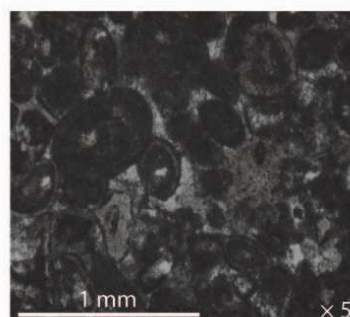
Loupe binoculaire



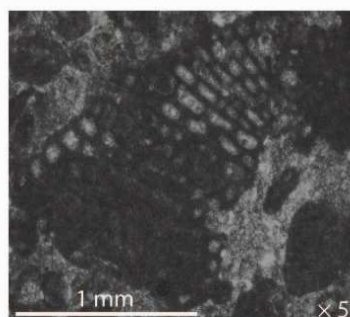
Microscope



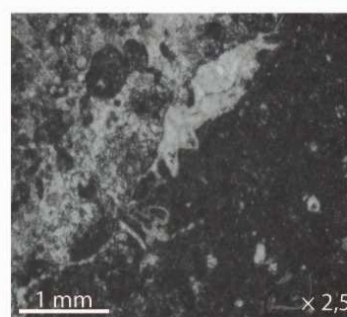
Bioclaste micritisé



Grains micritisés



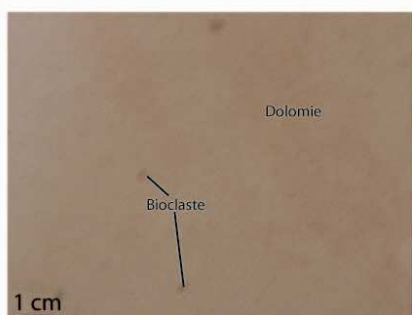
Foraminifère micritisé



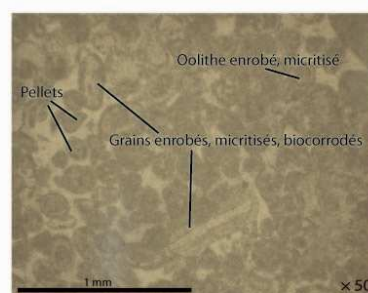
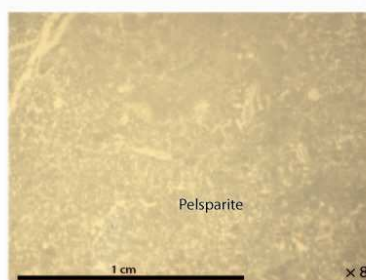
Terriers, Bioturbation

Caractéristiques pétrographiques du banc 6 (PB)

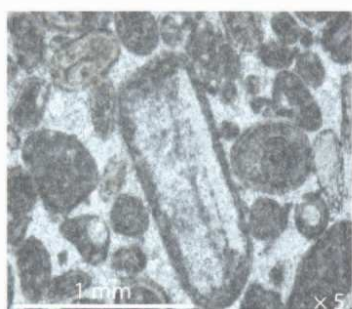
Macroscopie



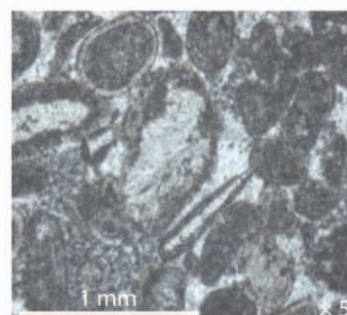
Loupe binoculaire



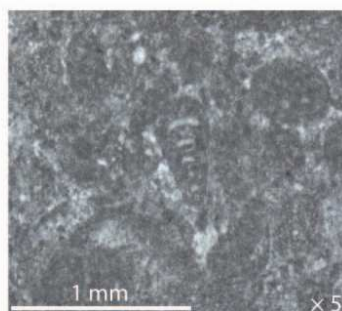
Microscope



Bioclaste micritisé



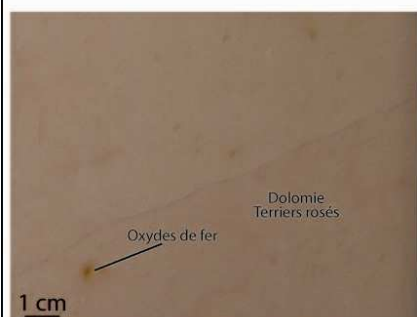
Grains enrobés, micritisés



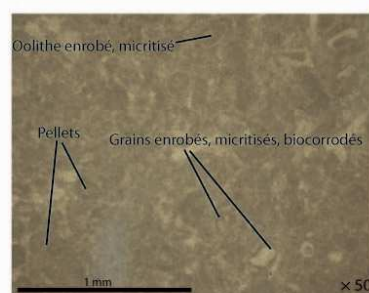
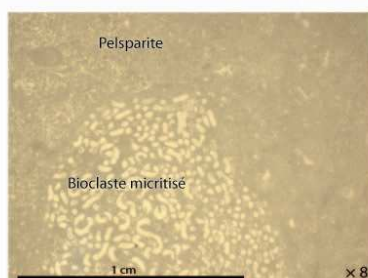
Foraminifère micritisé

Caractéristiques pétrographiques du banc 5 (PB)

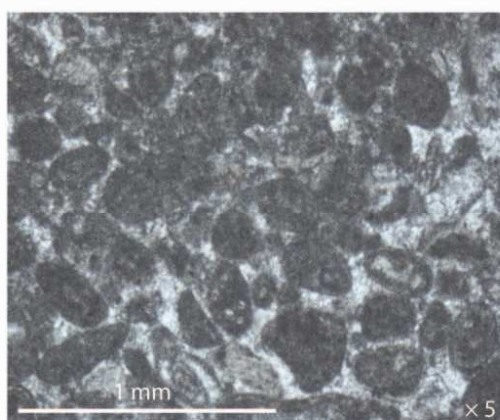
Macroscopie



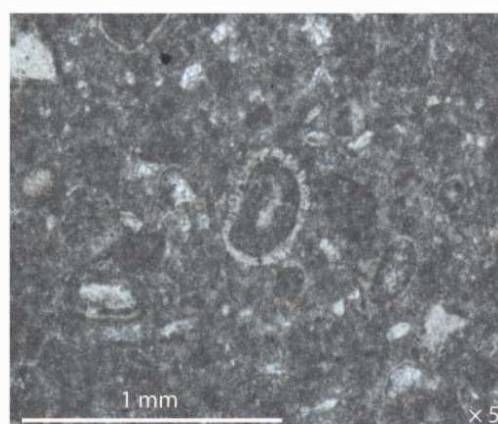
Loupe binoculaire



Microscope



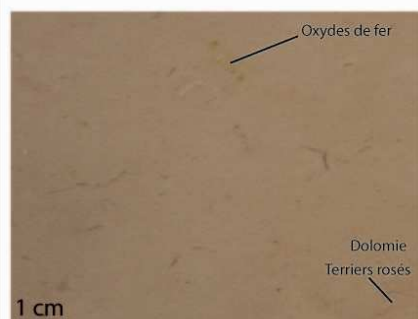
Bioclaste micritisé et grains enrobés



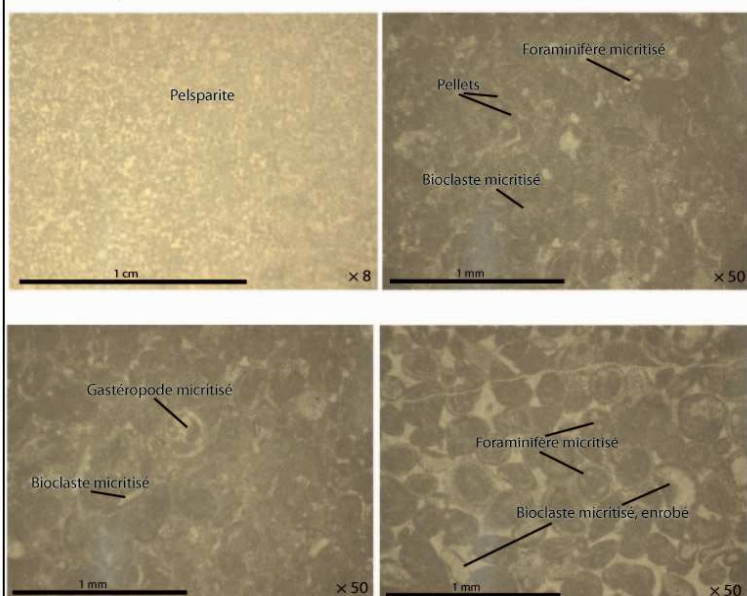
Grains enrobés, micritisés

Caractéristiques pétrographiques du banc 3.4/3.5 (PB)

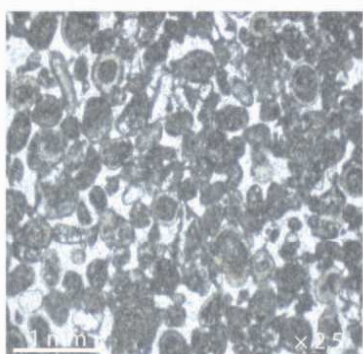
Macroscopie



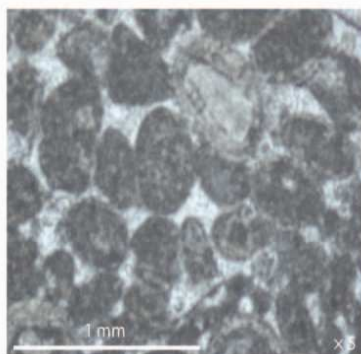
Loupe binoculaire



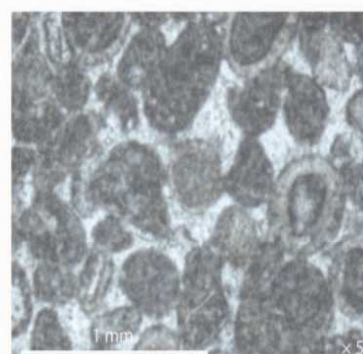
Microscope



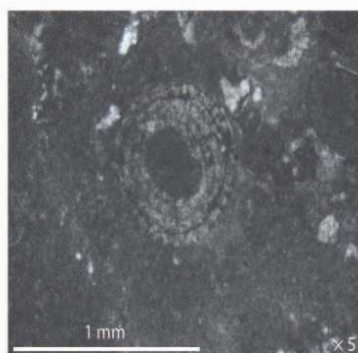
Bioclaste micritisé et grains enrobés



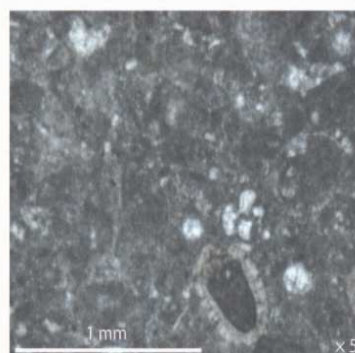
Bioclaste micritisé et grains enrobés



Grains enrobés, micritisés



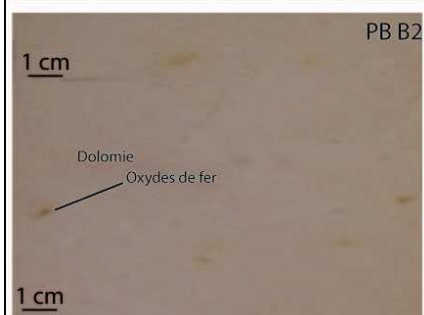
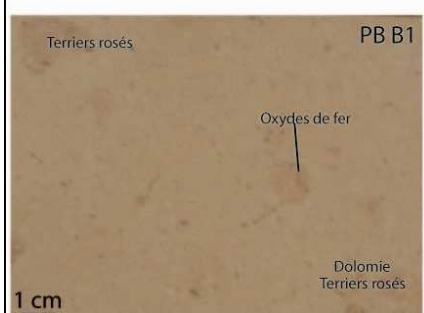
Oolithe micritisé



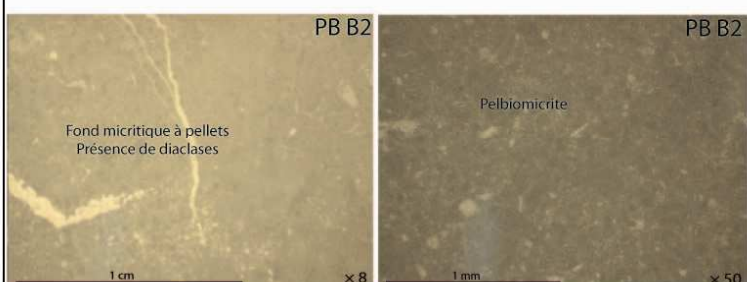
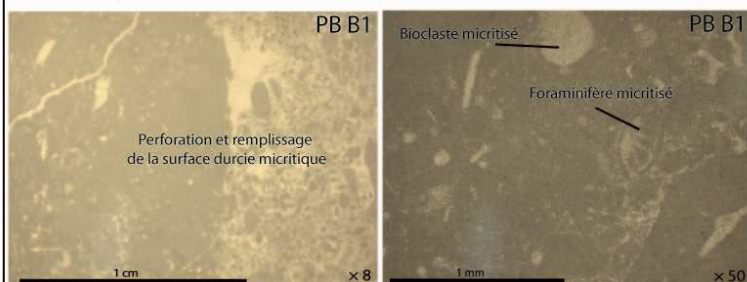
Bioclaste micritisé et grains enrobés

Caractéristiques pétrographiques du banc 1.2 (PB)

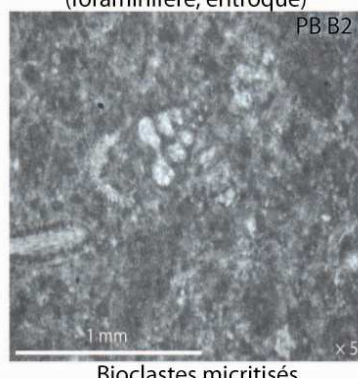
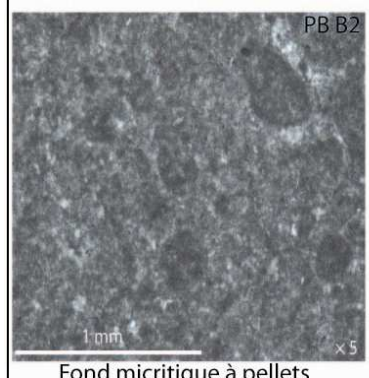
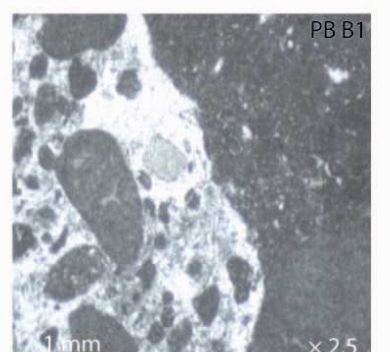
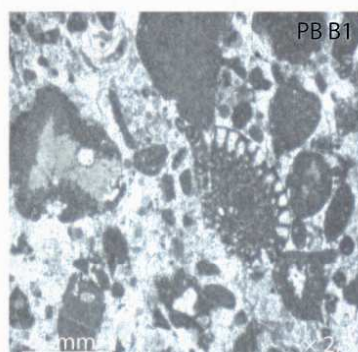
Macroscopie



Loupe binoculaire



Microscope

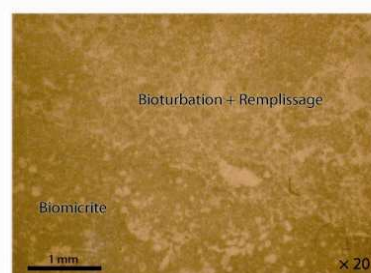
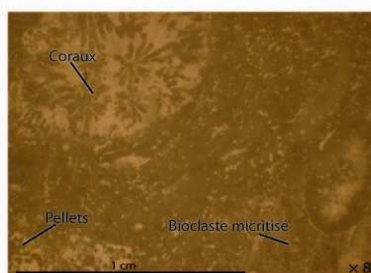


Caractéristiques pétrographiques du banc 4.5 (ROC)

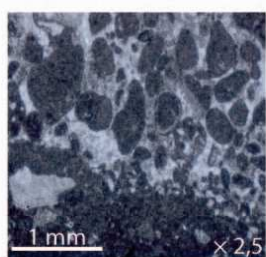
Macroscopie



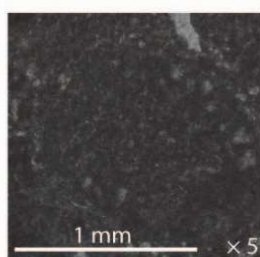
Loupe binoculaire



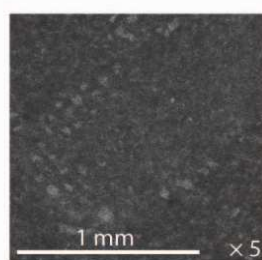
Microscope



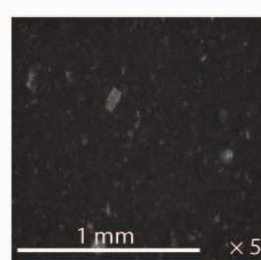
Perforation et remplissage
de la surface micritique



Fantôme de bioclaste
micritisé et biocorrode



Foraminifère micritisé



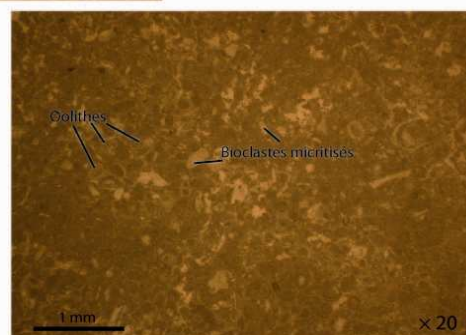
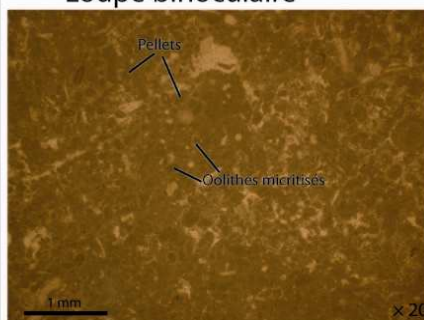
Micrite

Caractéristiques pétrographiques du banc 3 (ROC)

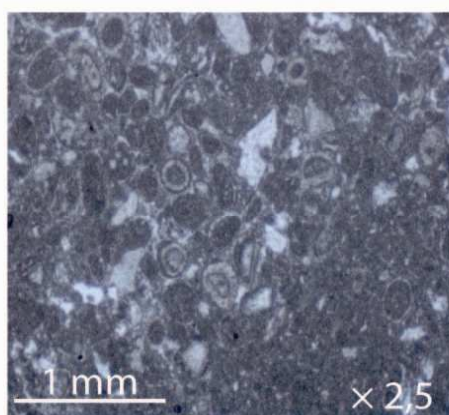
Macroscopie



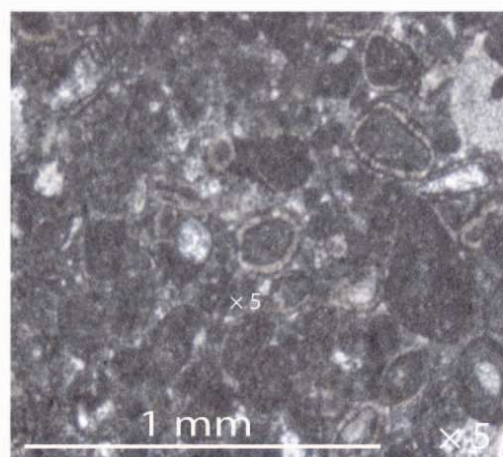
Loupe binoculaire



Microscope



Pellets, Oolithes, foraminifères
et entroques micritisés



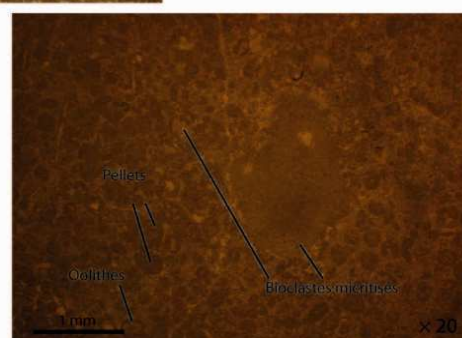
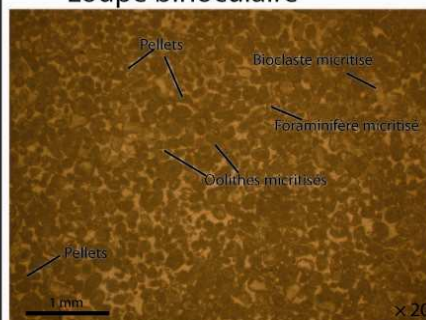
Oolithes micritisées et biocorrodés

Caractéristiques pétrographiques du banc 2 (ROC)

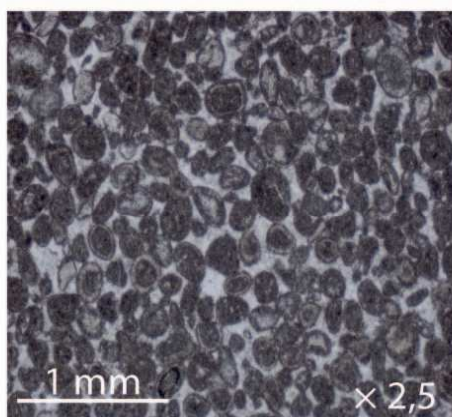
Macroscopie



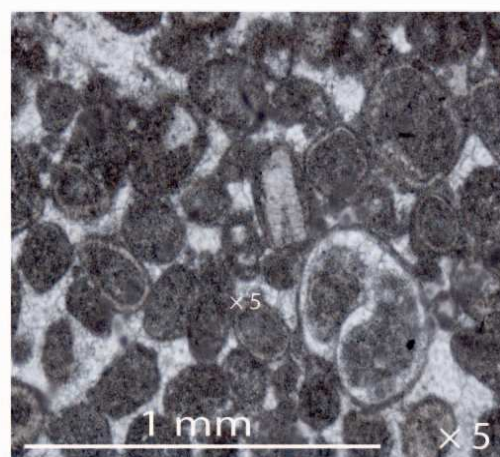
Loupe binoculaire



Microscope



Pellets et Oolites micritisés



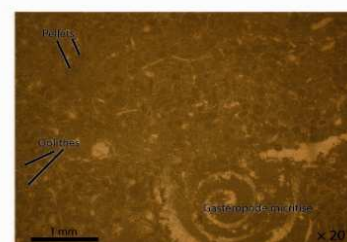
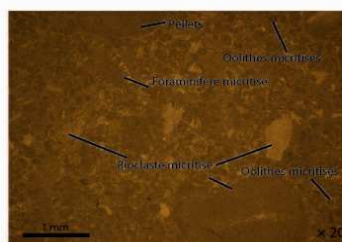
Oolites micritisés et biocorrodes
bioclaste et gastéropode micritisé

Caractéristiques pétrographiques du banc 1 (ROC)

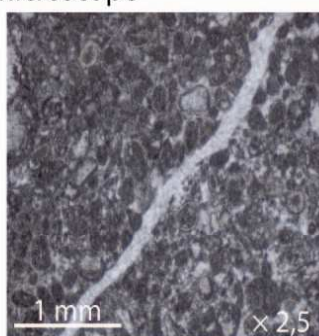
Macroscopie



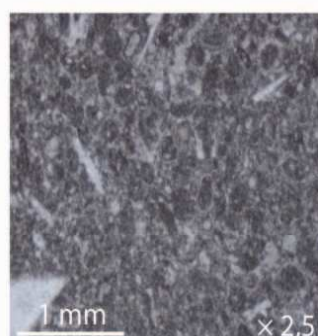
Loupe binoculaire



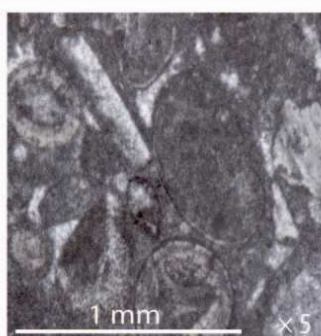
Microscope



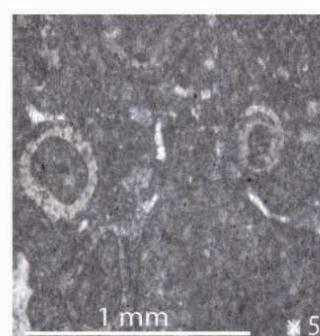
Pellets et Oolithes micritisés



Pellets et Oolithes micritisés



Oolithes micritisées et biocorrodes
bioclaste micritisé

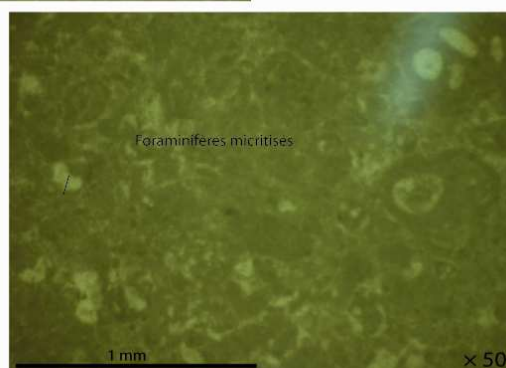
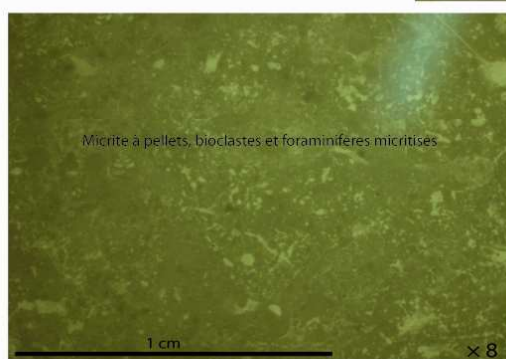


Oolithes micritisées et biocorrodes
bioclaste (ou fantôme) micritisé

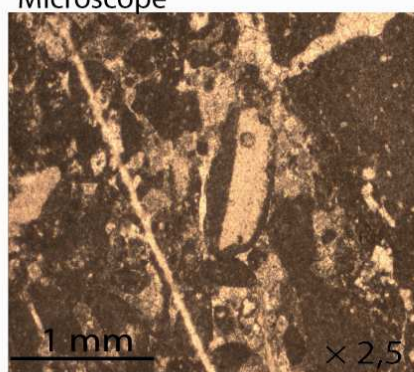
Annexe AV-78.

Caractéristiques pétrographiques du banc 7 (SETP)

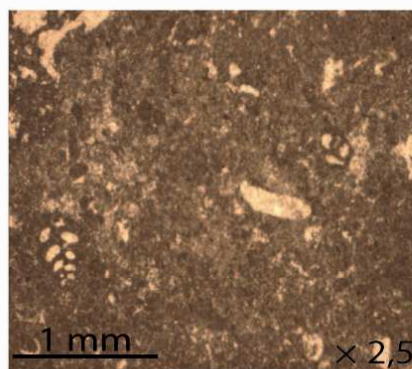
Loupe binoculaire



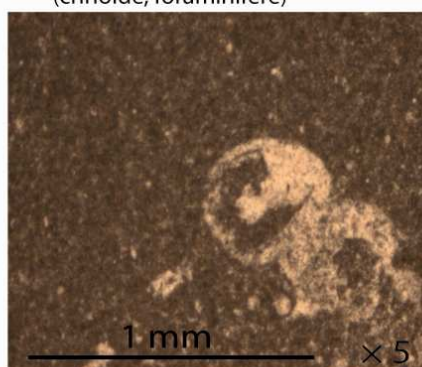
Microscope



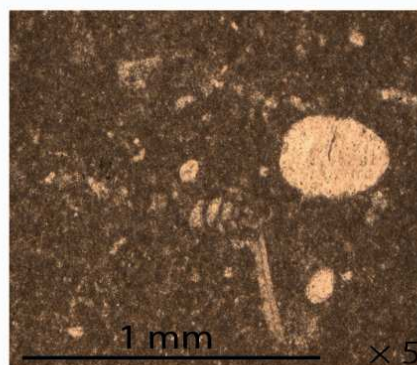
Bioclastes micritisés et biocorrochés
(crinoïde, foraminifère)



Foraminifère et entroque micritisé et vraies pellets



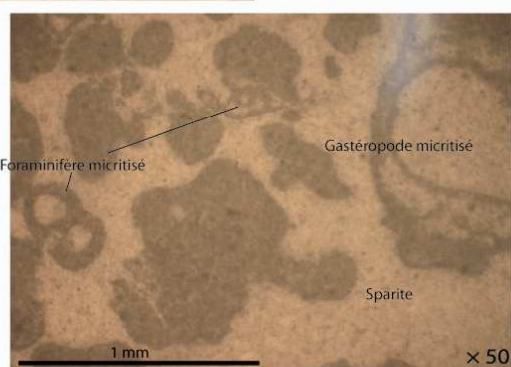
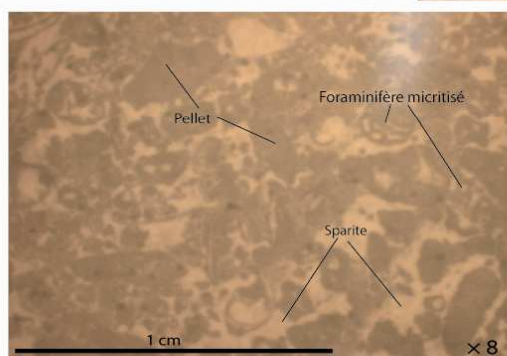
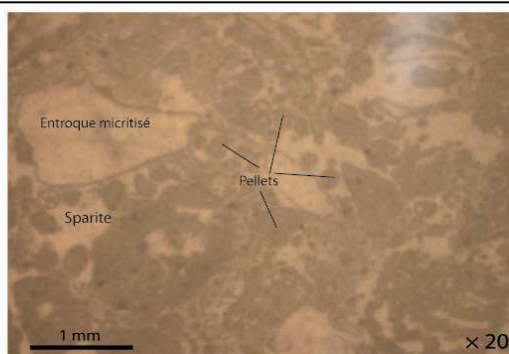
Gastéropodes micritisés et biocorrochés



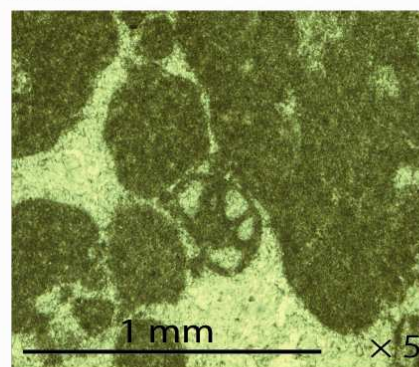
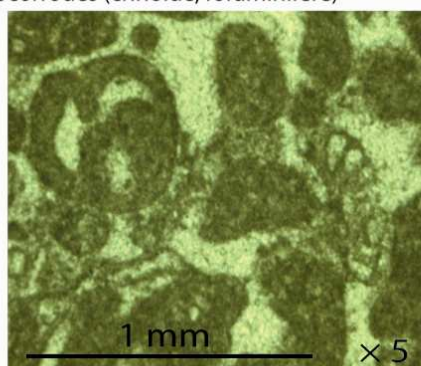
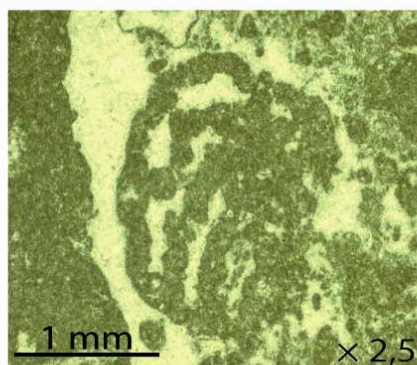
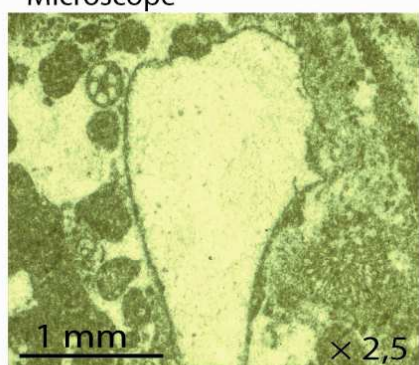
Foraminifère micritisé

Caractéristiques pétrographiques du banc 6 (SETP)

Loupe binoculaire

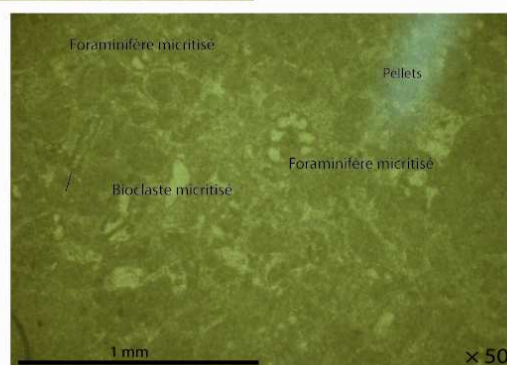
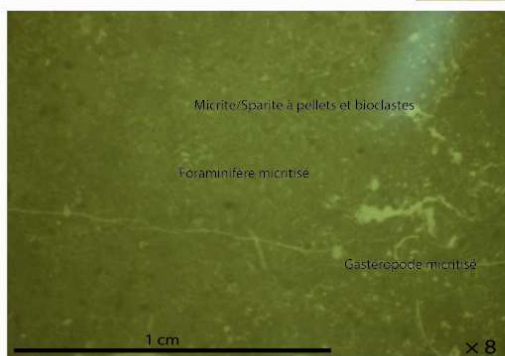
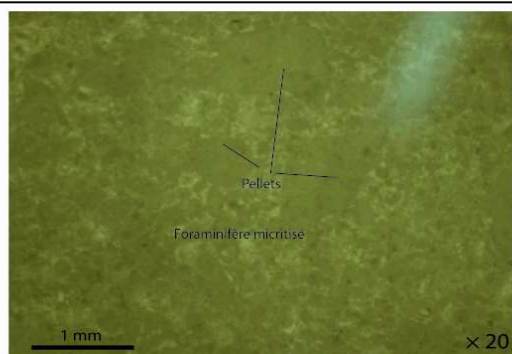


Microscope

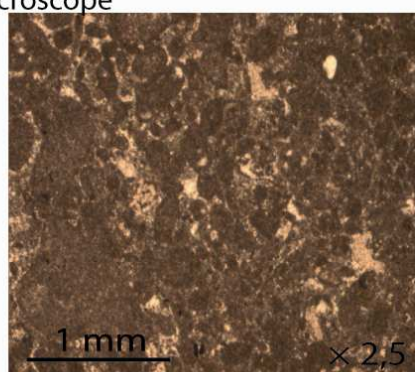


Caractéristiques pétrographiques du banc 5 (SETP)

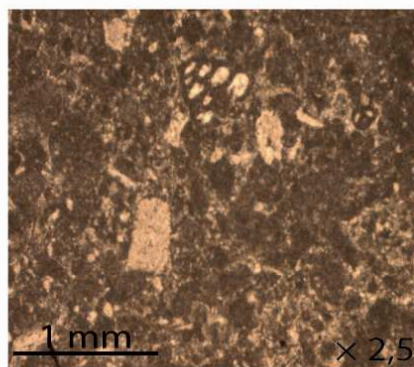
Loupe binoculaire



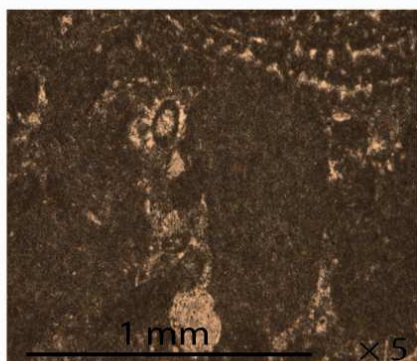
Microscope



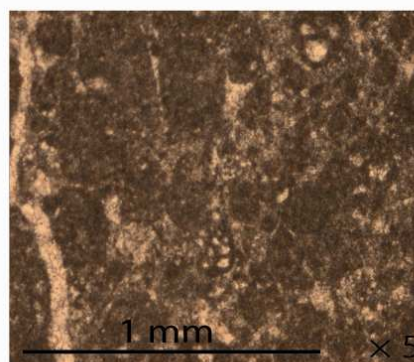
Bioclastes micritisés et pellets



Foraminifère et entroque micritisés



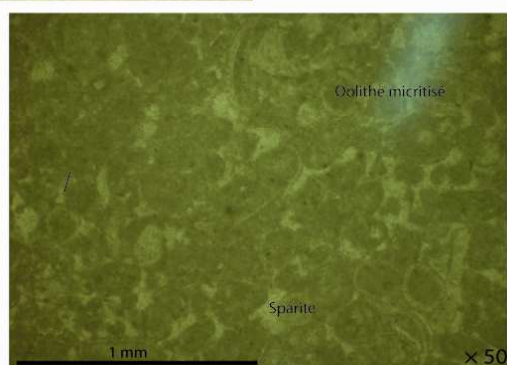
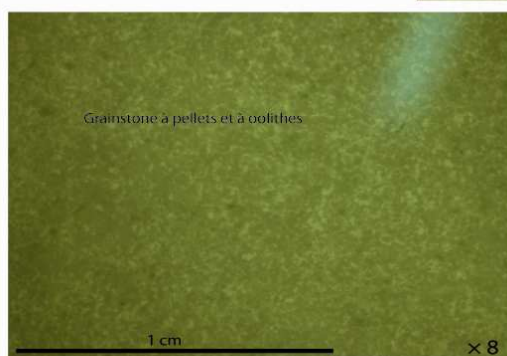
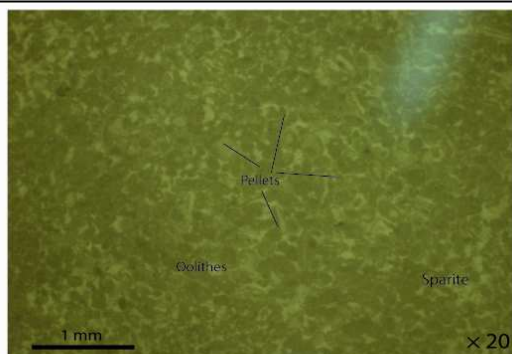
Foraminifère et entroque micritisés



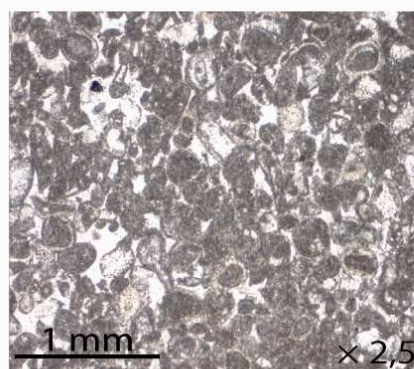
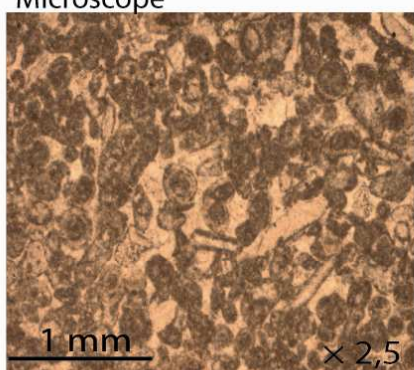
Foraminifère micritisé et vraies pellets

Caractéristiques pétrographiques du banc 4 (SETP)

Loupe binoculaire

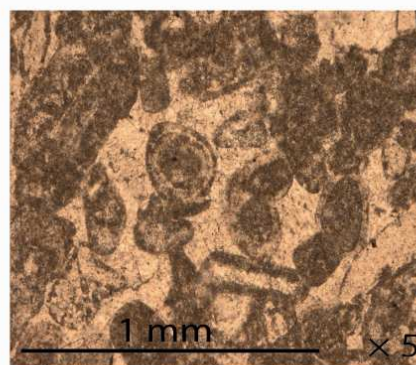
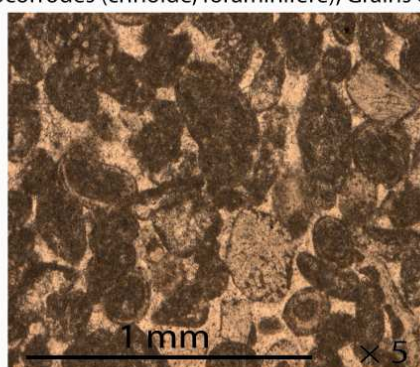


Microscope



Oolites et Bioclastes micritisés et biocorrochés (crinoïde, foraminifère), Grains enrobés

Oolites micritisés



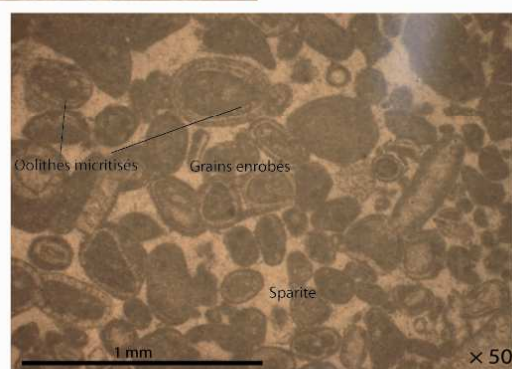
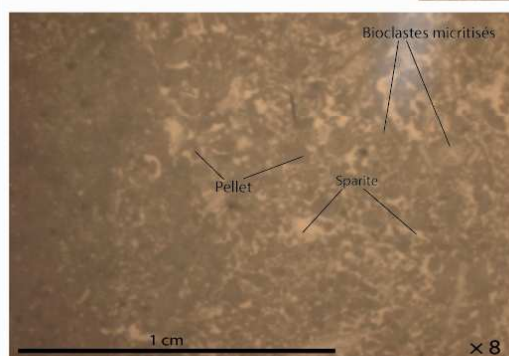
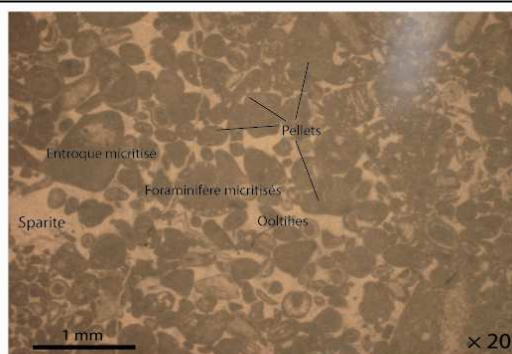
Foraminifère et entroque micritisés et biocorrochés

Oolites micritisés et grains enrobés

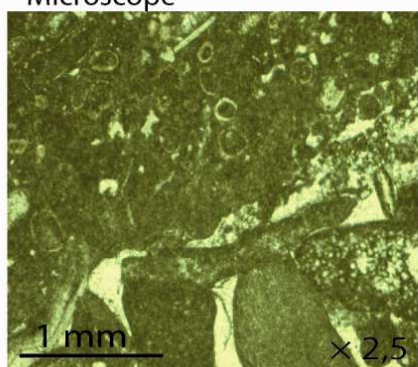
Annexe AV-82.

Caractéristiques pétrographiques du banc 3 (SETP)

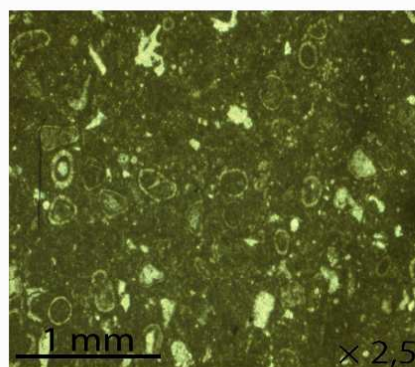
Loupe binoculaire



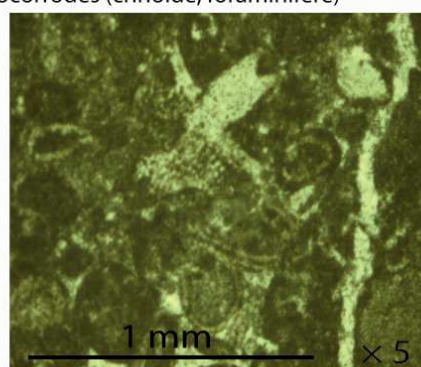
Microscope



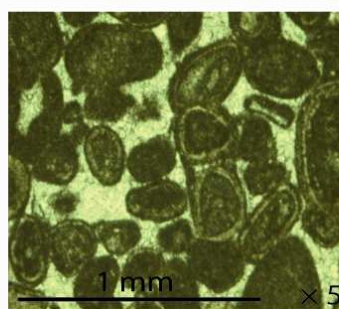
Oolites et bioclastes micritisés
et biocorrochés (crinoïde, foraminifère)



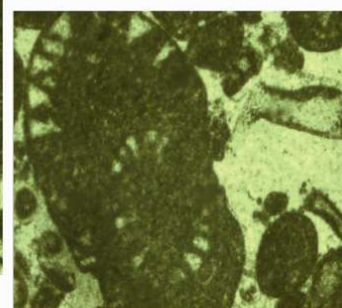
Grains enrobés et oolites micritisés



Oolites et bioclastes micritisés



Grains enrobés d'oolites

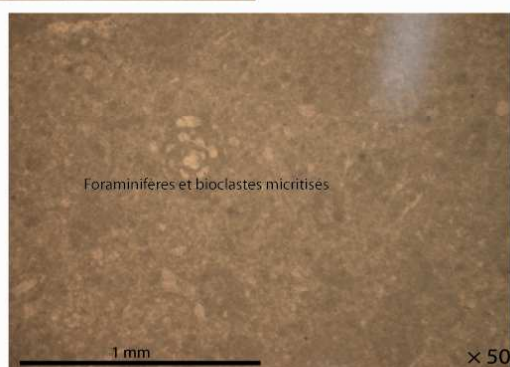
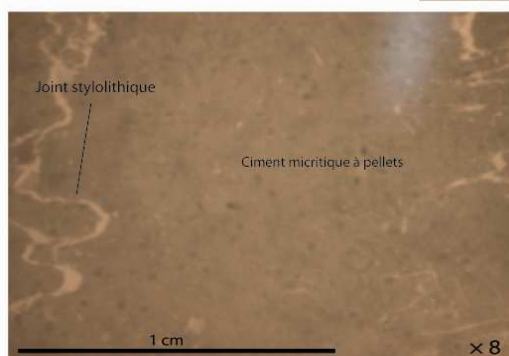
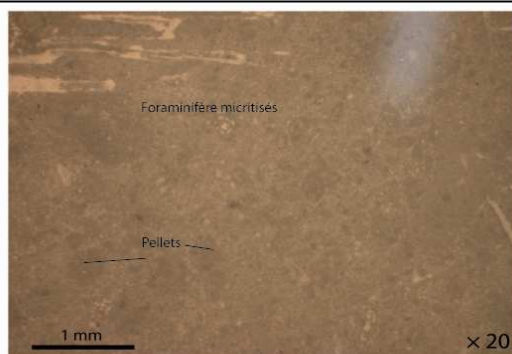


Foraminifère micritisé

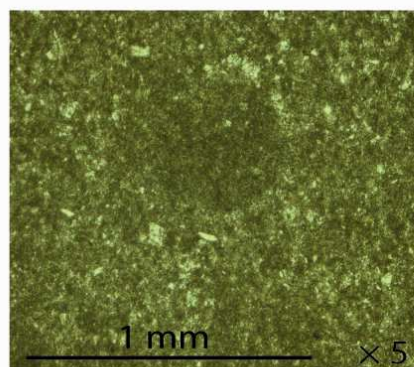
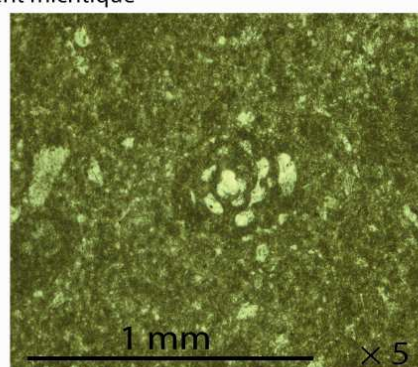
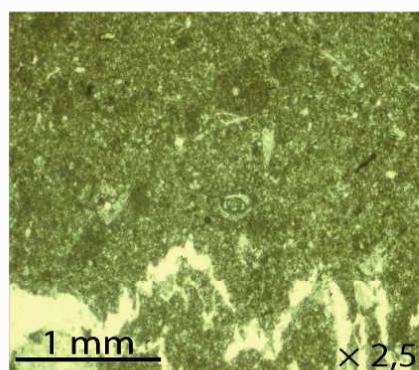
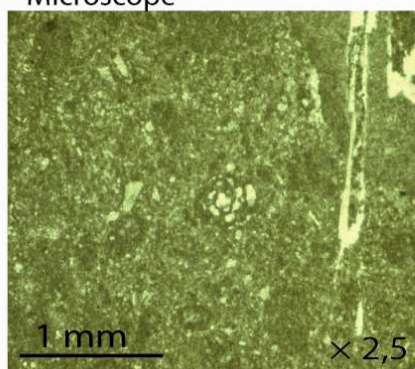
Annexe AV-83.

Caractéristiques pétrographiques du banc 2 (SETP)

Loupe binoculaire

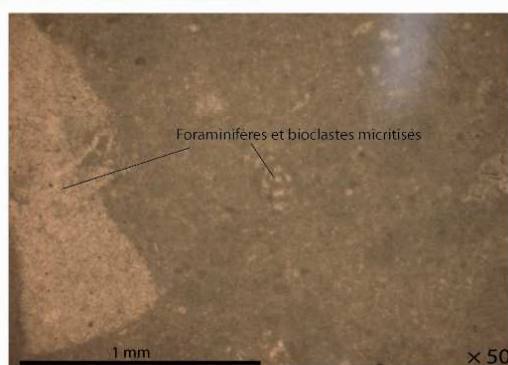
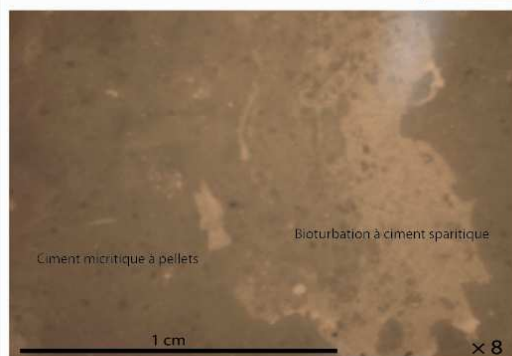
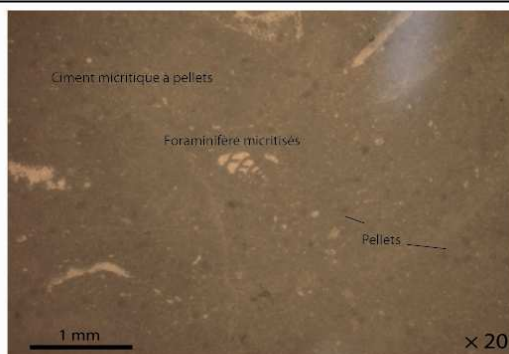


Microscope

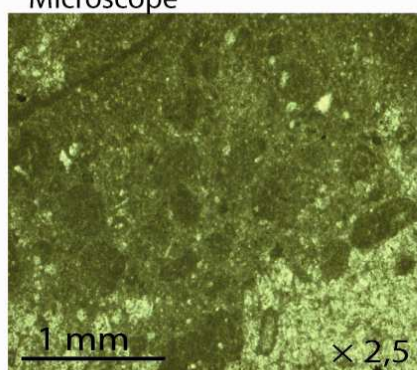


Caractéristiques pétrographiques du banc 1 (SETP)

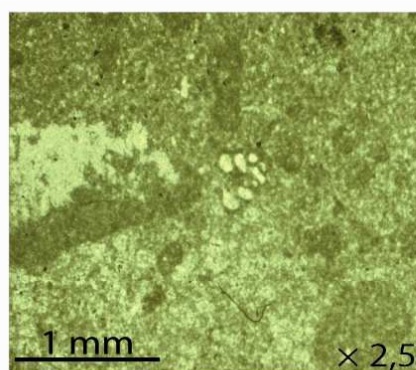
Loupe binoculaire



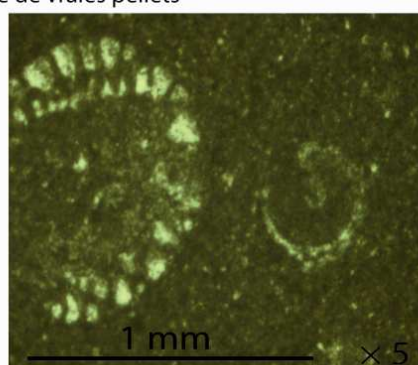
Microscope



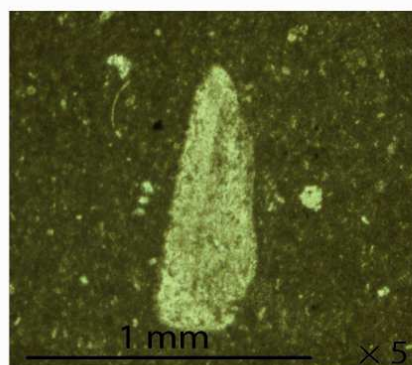
Zone de contact avec la bioturbation +
présence de vrais pellets



Foraminifère micritisé, pellets
et ciment micritique



Foraminifère et gastéropode micritisés et ciment micritique



Entroque micritisé et ciment micritique

